



TITLE:

機械構造用非調質鋼の降伏強さ向上に関する研究(Dissertation_全文)

AUTHOR(S):

長谷, 和邦

CITATION:

長谷, 和邦. 機械構造用非調質鋼の降伏強さ向上に関する研究. 京都大学, 2011, 博士(工学)

ISSUE DATE:

2011-09-26

URL:

<https://doi.org/10.14989/doctor.k16397>

RIGHT:

機械構造用非調質鋼の 降伏強さ向上に関する研究

2011年

長谷和邦

目 次

	頁
第 1 章. 序論	1
1. 1 本研究の背景	1
1. 1. 1 非調質鋼の開発経緯	1
1. 1. 2 非調質鋼の種類	4
1. 1. 3 非調質鋼の今後の課題	10
1. 2 本研究の目的と意義	15
1. 3 本論文の構成と内容	18
参考文献	19
第 2 章 Cu の粒界偏析現象を利用した低炭素鋼の結晶粒微細化	22
2. 1 緒言	22
2. 2 実験方法	23
2. 2. 1 供試鋼	23
2. 2. 2 熱処理および加工熱処理方法	23
2. 2. 3 組織観察および定量化方法	25
2. 3 実験結果	26
2. 3. 1 フェライト変態開始温度に及ぼす加熱時間の影響	26
2. 3. 2 熱間加工中の変形応力	27
2. 3. 3 熱間加工後のミクロ組織	29
2. 4 考察	32
2. 4. 1 Cu 添加による A_{r3} 温度低下のメカニズム	32
2. 4. 2 Cu 添加鋼の熱間加工時の組織形成機構 動的 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態	36
2. 4. 3 Cu 添加鋼の熱間加工時の組織形成機構 フェライトの動的再結晶	41
2. 5 結言	42
参考文献	43
第 3 章 温間大ひずみ加工による中炭素鋼の結晶粒微細化	45
3. 1 緒言	45
3. 2 実験方法	46
3. 2. 1 供試鋼	46
3. 2. 2 圧縮試験方法	47
3. 2. 3 組織観察および定量化方法	48
3. 3 実験結果	49

3. 3. 1	熱間加工組織に及ぼす初期組織の影響	49
3. 3. 2	熱間加工組織に及ぼす加工温度の影響	56
3. 3. 3	熱間加工組織に及ぼすひずみ速度の影響	58
3. 3. 4	フェライト粒径に及ぼすC量の影響	62
3. 4	考察	65
3. 4. 1	微細フェライト形成に及ぼす初期組織の影響	65
3. 4. 2	微細組織形成に及ぼす加工条件の影響	67
3. 5	結言	70
	参考文献	71

第4章	低温変態ベイナイト鋼の残留オーステナイト組織微細化	73
4. 1	緒言	73
4. 2	実験方法	75
4. 2. 1	供試鋼	75
4. 2. 2	熱処理方法	76
4. 2. 3	組織観察方法	78
4. 2. 4	ベイナイト体積率測定方法	78
4. 2. 5	残留オーステナイト中のC量測定方法	79
4. 3	実験結果	80
4. 3. 1	ベイナイト変態に及ぼす応力の影響	80
4. 3. 1. 1	変態 Kinetics に及ぼす応力の影響	80
4. 3. 1. 2	ベイナイト変態組織に及ぼす応力の影響	83
4. 3. 2	変態組織に及ぼす二段恒温変態処理の影響	89
4. 3. 2. 1	変態 Kinetics に及ぼす二段恒温変態処理の影響	89
4. 3. 2. 2	ベイナイト変態組織に及ぼす二段恒温変態処理の影響	90
4. 4	考察	93
4. 4. 1	応力下でのベイナイト変態挙動	93
4. 4. 2	二段恒温変態におけるベイナイト変態挙動	95
4. 5	結言	100
	参考文献	101

第5章	微細組織を有する非調質鋼の引張特性	104
5. 1	緒言	104
5. 2	熱間鍛造プロセスの提案	104
5. 3	実験方法	106
5. 3. 1	供試鋼	106
5. 3. 2	加工熱処理方法	106

5. 3. 3 引張試験方法	108
5. 4 実験結果および考察	109
5. 4. 1 マルテンサイト温間加工により得られた微細粒鋼の引張特性	109
5. 4. 2 二段変態により得られた高強度ベイナイト鋼の引張特性	112
5. 4. 3 従来鋼との強度特性比較	116
5. 5 結言	117
参考文献	118
第6章 総括	120
謝辞	124
本論文に関する発表論文	125

第 1 章 序論

1. 1 本研究の背景

1. 1. 1 非調質鋼の開発経緯

自動車や建築・産業機械の機械構造部品は、機械構造用炭素鋼鋼材（JIS G 4051）やクロムモリブデン鋼鋼材（JIS G 4105）を用いて、焼入れ焼戻し処理（以後、調質処理）が施され、適用される部品に必要な引張強さや靱性などの機械的特性を満足している。非調質鋼とは、調質処理を省略して、なおかつ必要な機械的特性を達成可能な鋼であり、熱間鍛造や熱間圧延などの熱間加工ままで強度を確保するために様々な工夫がなされている。微量元素を添加して調質処理を省略することが多いため Microalloyed Steel と英語表記される場合もあるが、本論文では再加熱焼入れ焼戻し省略の意味から Non Heat-treated Steel と標記することとする。熱間鍛造部品の製造コスト内訳を **Fig. 1. 1** に示す[1]。部品製造コストに占める熱処理コストの比率は高く、非調質鋼の適用により約 2 割を占める熱処理費用の削減が可能となることがわかる。また、**Fig. 1. 2** には調質鋼と非調質鋼を適用した部品製造プロセスの一例を示す[2]。非調質鋼の適用により、熱処理省略によるコスト低減だけではなく、工程簡略化による納期短縮および生産性向上などの効果も得られる。1970 年代のオイルショックを機に、産業界は部品製造コストの削減に迫られ、部品製造コストを大幅に削減可能な非調質鋼が脚光を浴びることとなり、今日のように機械構造部品に広く用いられるようになった[3]。自動車部品と建設機械部品への非調質鋼の適用例を

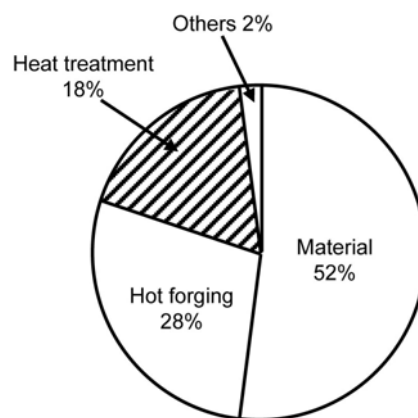


Fig.1.1 Average cost ratio of materials, hot forging and heat treatment for manufacturing hot forged automobile parts [1].

Fig. 1.3 と Fig. 1.4 にそれぞれ示す[4]。足回り部品、エンジン部品や油圧シリンダなど重要部位へ適用されている。非調質鋼は、その適用プロセスによって Fig. 1.5 に示すように熱間鍛造用、冷間鍛造用および直接切削用に分類される[5]が、本研究では非調質鋼の強度に着目するため母相組織による分類を採用した。以下に典型的な非調質鋼とその特徴について述べる。

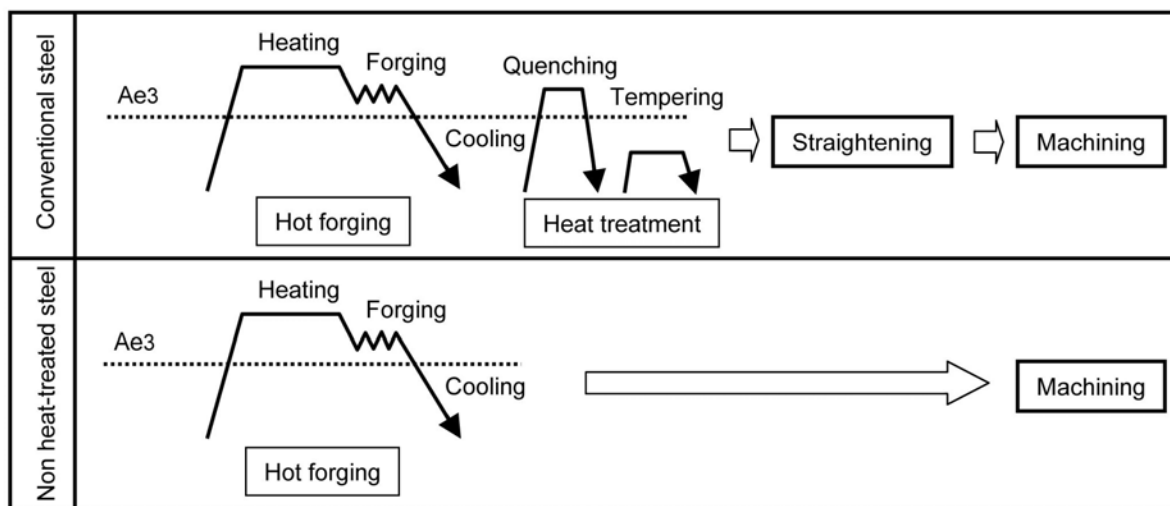


Fig.1.2 Comparison of manufacturing processes using conventional quench-tempered steels and non heat-treated steels [2].

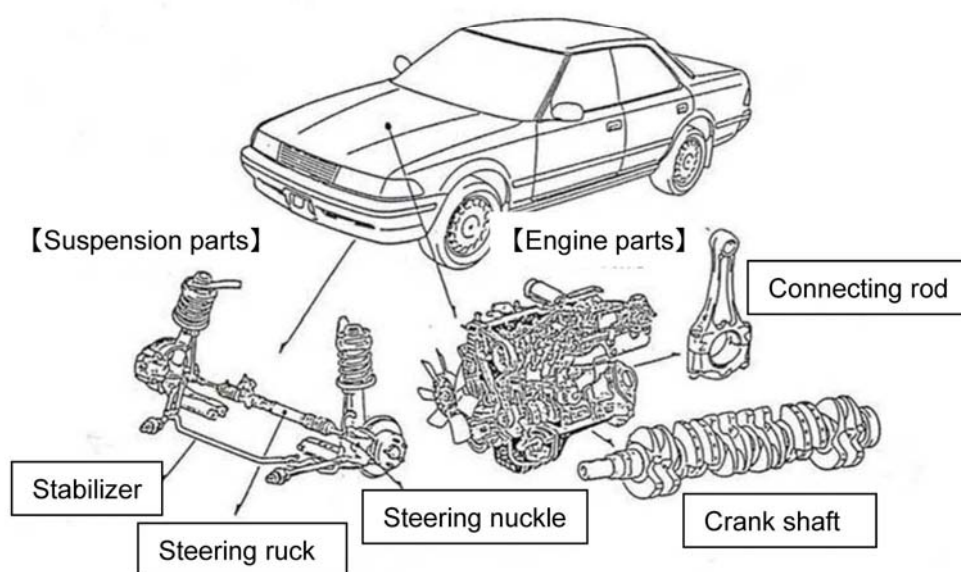


Fig.1.3 Applications of non heat-treated steels in automobile parts [4].

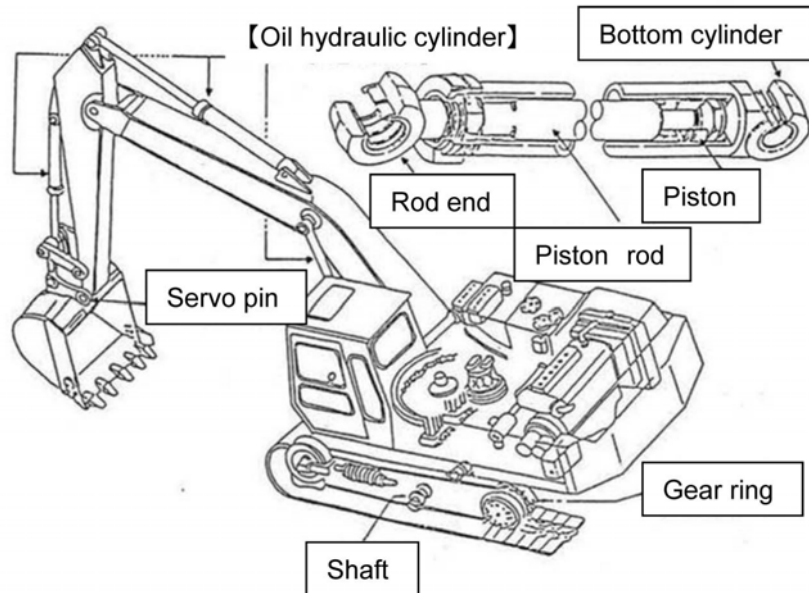


Fig.1.4 Applications of non heat-treated steels in construction machineries [4].



Fig. 1.5 Classification of non heat-treated steels [5].

1. 1. 2 非調質鋼の種類

(1) フェライト・パーライト型非調質鋼

非調質鋼は、機械構造用炭素鋼に微量の析出強化元素を添加したものが基本形である。炭素鋼の析出強化には強炭窒化物形成元素である Ti、Nb、V を添加しての炭化物・窒化物析出が一般的によく用いられているが[6]、機械構造部品には部分的に高周波焼入れ処理が施される場合もあるため中炭素鋼が多く用いられる。そのため、1273～1523K 程度の熱間鍛造および熱間圧延の加熱工程でオーステナイト中に十分固溶しうる析出強化元素として V が使用されている。V 添加による炭素鋼の析出強化現象を Fig. 1.6 に示す[7]。Fig. 1.6 は、V 含有量を変化させた 0.2%C 鋼のオーステナイト域からの冷却速度による硬さの変化を示している。V を含有しない鋼では冷却速度の低下にともない、顕微鏡組織がマルテンサイト、ベイナイトからフェライト・パーライトへと変化し、組織変化に対応して硬さが単調減少する。一方、0.2%C-V 添加鋼では、フェライト・パーライト組織となる $10 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$ 近傍の冷却速度で、VC の析出強化によって最高硬さとなり、その硬さは V 添加量が多いほど大きくなることがわかる。このようなフェライト中への V

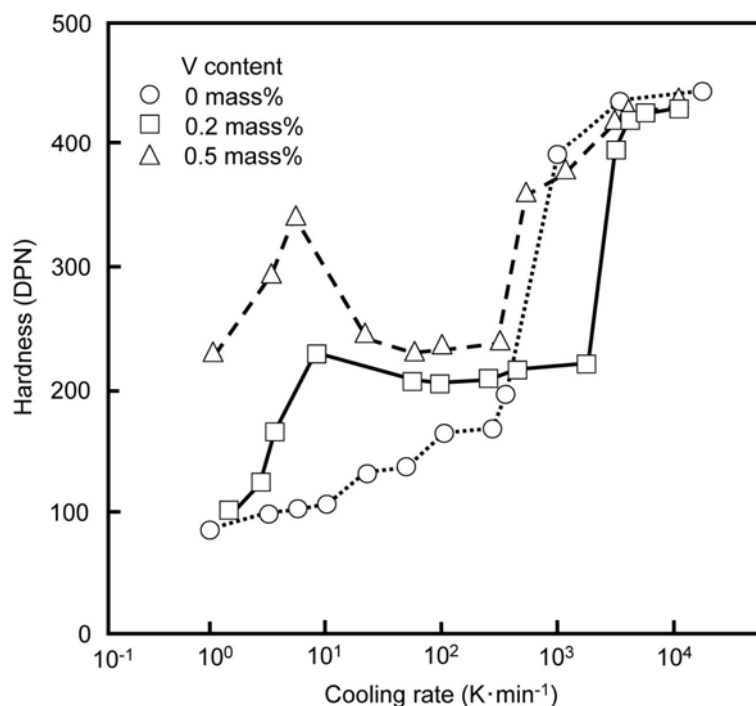


Fig.1.6 Effect of cooling rate on hardness of 0.2% C steel and 0.2%C non heat-treated steels including V [7].

の析出現象に関しては、1970 年～1980 年代にかけて多くの研究がなされ[8-10]、熱間加工後の冷却過程においてオーステナイトからフェライトに変態する際に、 γ/α 界面に数 nm オーダーの微細な V 炭化物が列状に析出（相界面析出）することによりフェライトを強化していることが示された（**Fig. 1.7**）[10]。相界面析出により、旧オーステナイト粒界から生成する初析フェライトだけではなく、パーライトラメラ間のフェライトも強化される。このように V による析出強化を最大限に引き出すにはマルテンサイトやベイナイト組織よりもフェライト・パーライト組織が好適であることから、フェライト・パーライト鋼が非調質鋼の基本形となった。しかし、熱間加工ままで使用される非調質鋼の組織は、調質鋼よりも粗く、低靱性となるため、開発当初は靱性向上が重要な課題であった。フェライト・パーライト型非調質鋼の靱性を向上させるためには、低炭素化により延性に富んだフェライト組織の分率を高めることが有効であるが、同時に強度低下を招くため、これを補う目的で Mn、Cr、V 量を増加し高強度と高靱性の両立を達成した[11, 12]。Mn、Cr の増量は、パーライトラメラ間隔の微細化によって、V 量の増加は析出強化量の増加によってそれぞれ組織強化に寄与している。しかしながら、鍛造温度が高い場合など、適用部品によっては低炭素化だけでは靱性向上が不十分な場合もあり、微量 Ti 添加による組織微細化[13]や MnS を活用した組織微細化技術[14-16]などの新しい組織制御技術が導入された。一般的に、熱間鍛造後の冷却過程におけるフェライト析出はオーステナイト粒界から優先的に生じる。したがって、フェライト・パーライト組織の微細化を図るためには、オーステナイト粒を微細化する、もしくはオーステナイト粒内に核生成サイトを導入する必要がある。微量 Ti 添加型は前者に相当し、MnS の活用は後者に相当する。鋼中の S 量を増加し鍛造加熱温度でも未固溶の MnS を増加させると、**Fig. 1.8** に示すように MnS を核としてオーステナイト粒内にも多数のフェライトが析出し、その後のパーライト変態時に形成されるパーライトコロニーが微細化される[16]。最近の研究では、酸化物と MnS の複合介在物状に V (C, N) が析出し、それがフェライトの核生成サイトになっていることが明らかにされている[17]。調質鋼と S 添加非調質鋼の衝撃吸収エネルギーの比較を **Fig. 1.9** に示す[16]。1550K 以上の高い鍛造加熱温度においても靱性向上効果が認められる。しかし、MnS の増加は疲労強度の低下も招くため、適用される部品には制限がある。

以上に示したように、フェライト・パーライト型非調質鋼は、機械的特性向上のために多くの改良がなされており、それにより強度レベル 800MPa 級の多くの部品への適用が可能となった。

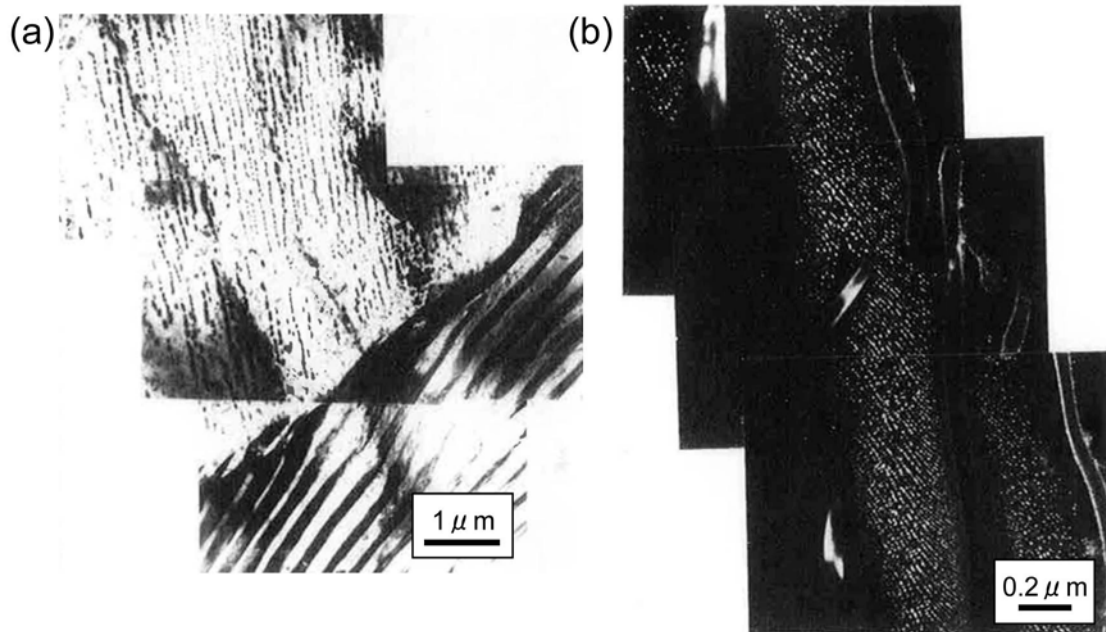


Fig.1.7 Fine distribution of precipitates in (a) pro-eutectoid ferrite, TEM bright field image, and (b) pearlitic ferrite, TEM dark field image using VC reflections [10].

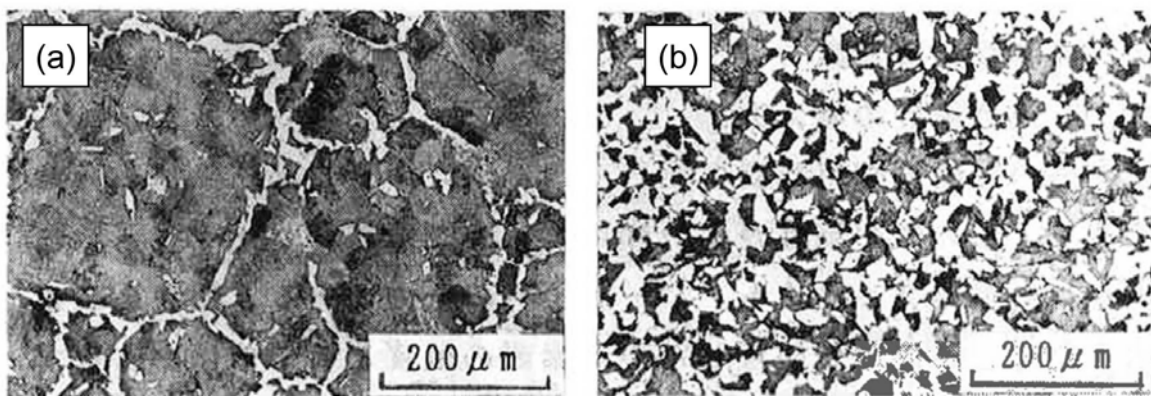


Fig.1.8 Effect of S content on microstructures of non heat-treated steels [16].
(a) 0.004mass%S, (b) 0.049mass%S [16].

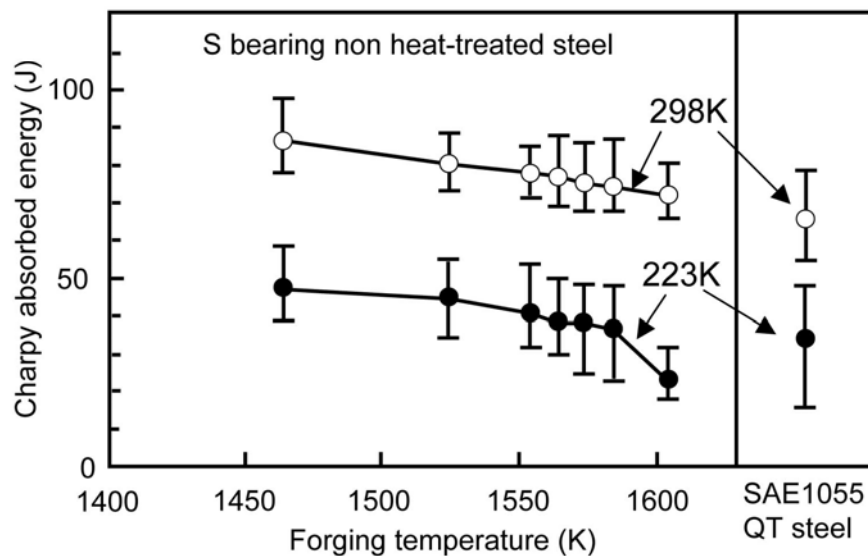


Fig.1.9 Effect of heating temperature on Charpy impact value of a conventional quench-tempered steel and a non heat-treated steel in hot forging process [16].

(2) マルテンサイト型非調質鋼

フェライト・パーライト型非調質鋼の開発により 800MPa 級の炭素鋼鋼材の調質鋼の代替が可能になったが、自動車部品のさらなる軽量化のために、より高い強度が求められるようになった。この要求に対してフェライト・パーライト鋼での対応は困難であることから、高強度・高靱性である低炭素マルテンサイト組織が着目され、マルテンサイト型非調質鋼が開発された[16]。

Fig. 1.10 は、フェライト・パーライト鋼 (F+P) とマルテンサイト鋼 (またはベイナイト鋼; M&B) の炭素量と強度・靱性の関係を模式的に示したものである[18]。組織がフェライト・パーライトの場合、強度・靱性ともに高くなる C 量範囲は存在しないのに対して、マルテンサイト鋼では、低炭素領域で高い強度・靱性を両立する炭素量が存在する[18]。Fig. 1.11 は、直径 25mm の 2%Mn-1%Cr-0.25%Mo-0.04%Nb-0.02%Ti-0.002%B 鋼を 1473K に加熱後、水冷または空冷したときの強度・靱性に及ぼす炭素量の影響を示したものである[19]。Fig. 1.11 より、水冷材では炭素量が約 0.05~0.20%の範囲で目標強度、靱性が得られている。水冷材の引張強さが 980MPa 以上となるのは、組織が鍛造焼入れままマルテンサイトとなるからであり、高い衝撃値を示すのは、

Fig. 1.12 に模式的に示すようにフェライト・パーライト鋼では、破壊時にき裂がほぼ直線的に進展するのに対して、マルテンサイトの場合には、パケット、ブロックおよび旧オーステナイト粒界がき裂伝播抵抗となるためである[18]。また、鍛造後の水冷ままで得られるマルテンサイト組織には残留オーステナイトも含まれており、これら残留オーステナイトもパケット内でのき裂伝播抵抗となるとされている[18]。マルテンサイト型非調質鋼の開発により、これまでの非調質鋼では靱性がネックとなって適用できなかったナックルスピンデルなどの足回り部品への非調質鋼の適用が可能となった[20, 21]。

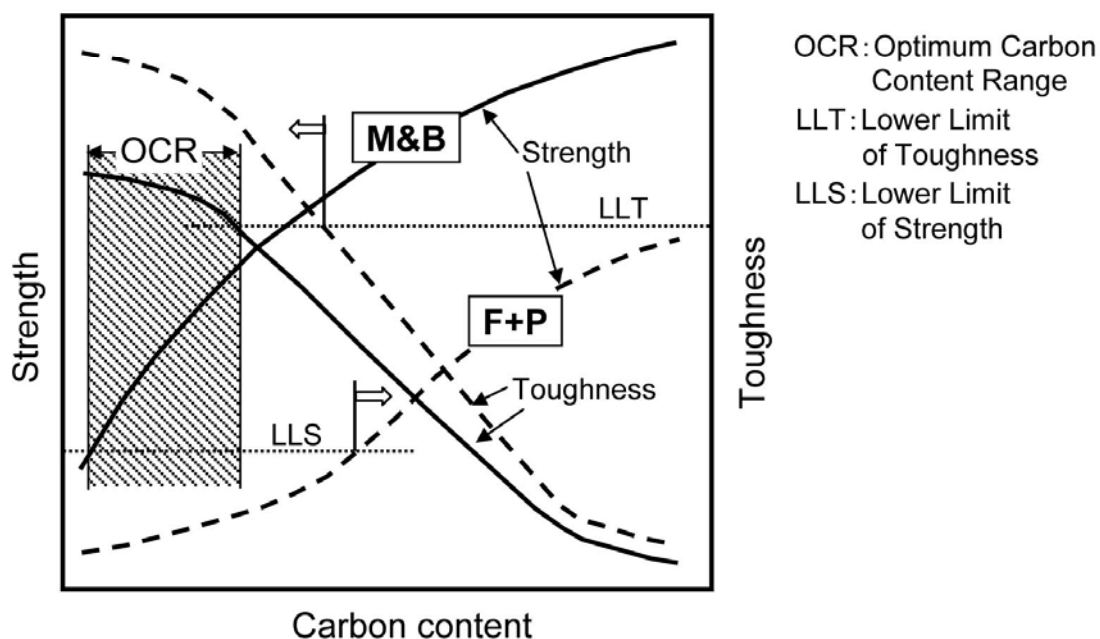


Fig.1.10 Schematic illustration showing the relationship among strength, toughness and carbon content in ferrite-pearlite (F+P) structures and martensite and bainite (M&B) structures [18].

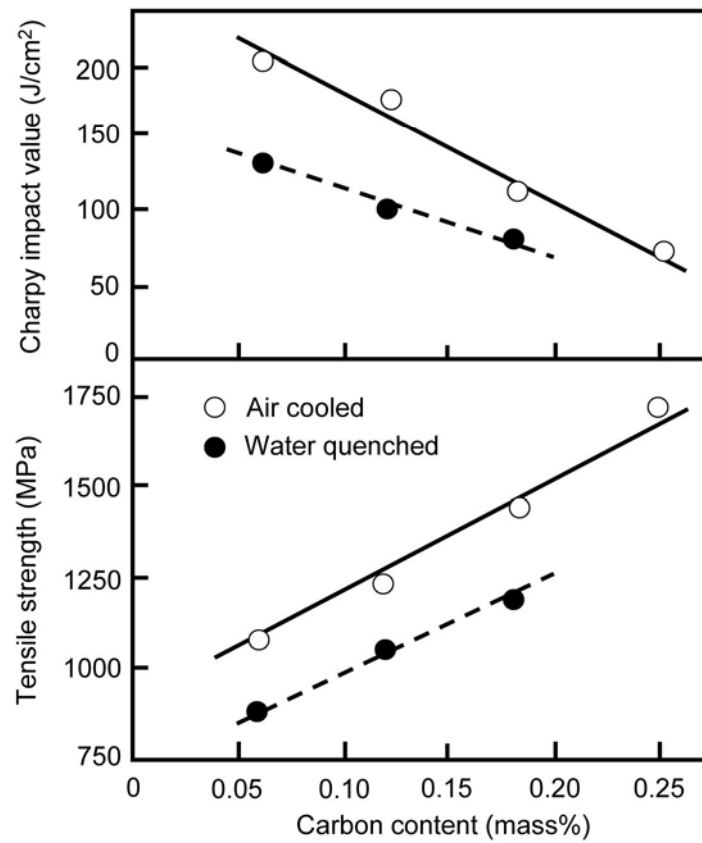


Fig. 1.11 Effect of carbon content on mechanical properties of quenched or air cooled non heat-treated steels (2%Mn-1%Cr-0.25%Mo-0.04%Nb-0.02%Ti-0.002%B steel) [19].

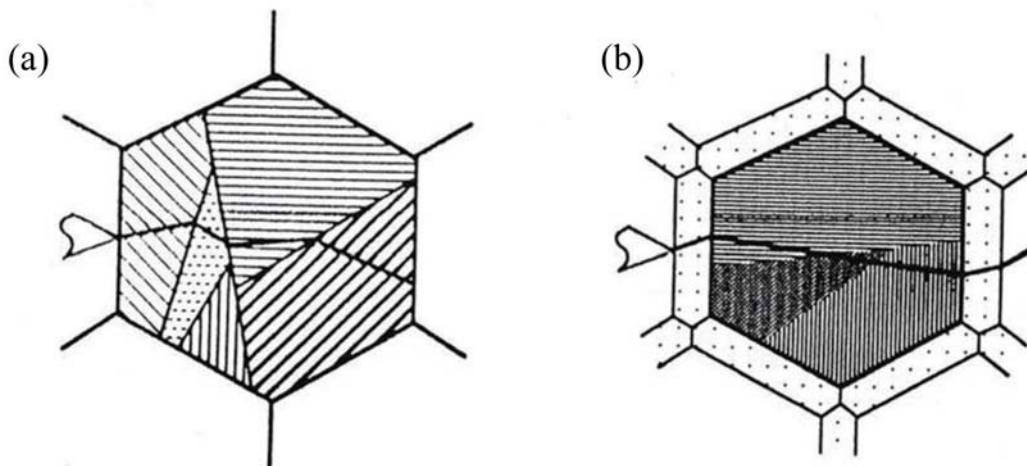


Fig.1.12 Schematic illustrations showing crack propagation in (a) martensitic non heat-treated steel and (b) ferrite-pearlite non heat-treated steel [18].

(3)ベイナイト型非調質鋼

マルテンサイト型非調質鋼の開発により高強度・高靱性部品への非調質鋼の適用が可能になったが、熱間加工後に $10\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$ 以上の急冷処理を必要とするため、その適用は小型部品に限定されていた。また、焼入れ歪が発生し矯正処理が必要となるため、非調質鋼適用による工程省略のメリットが少ない。そのため、空冷で高強度・高靱性を達成する非調質鋼としてベイナイト型非調質鋼が開発された[22]。上部ベイナイトは靱性が低いため、ベイナイト型非調質鋼では靱性の良好な下部ベイナイト組織を熱間加工後の空冷により得る必要がある。そのため、他の非調質鋼に比べて素材コストが高価となる問題があった。また、マルテンサイト型と同様に高強度が得られるものの、靱性や降伏強さが低いため降伏点設計である機械構造部品への適用には制限があり、他の非調質鋼のように普及しなかった。その後、これら欠点を克服した Cu 含有極低炭素ベイナイト型非調質鋼[23]が開発され、Cr-Mo 低合金調質鋼を凌駕する特性も達成されているが、適用は限定的である。このようにベイナイト単相組織での適用は困難であったが、フェライト・パーライト型の欠点を克服するためにベイナイト組織を活用した非調質鋼が開発されている。フェライト・パーライト非調質鋼では、安定した機械的特性を得るために鍛造加熱温度や鍛造後の冷却速度を厳しく管理する必要があるが、加熱温度や冷却速度が変化しても機械的特性を一定にたもつようにマイクロ組織が変化する機能をもった新しいタイプの非調質鋼が開発された[24]。これは、フェライト・パーライト・ベイナイトの3相組織を利用しており、鍛造後の冷却速度変化に応じて、各組織の比率および硬さが変化して、組織全体としての特性を一定の範囲に自己調整する機能を有する非調質鋼である。3相タイプの非調質鋼の冷却速度と硬さの関係および鍛造加熱温度と機械的特性の関係をそれぞれ **Fig. 1.13** と **Fig. 1.14** に示す[24]。従来型に比べ安定した強度が得られている。

1.1.3 非調質鋼の今後の課題

前節までに示したように、非調質鋼は、基本形であるフェライト・パーライト型の開発に始まり、靱性向上、強度向上という産業界のニーズに応じて、マルテンサイト型、ベイナイト型およびこれら複合型の非調質鋼が開発された。非調質鋼の開発の流れおよび強度・靱性バランスを

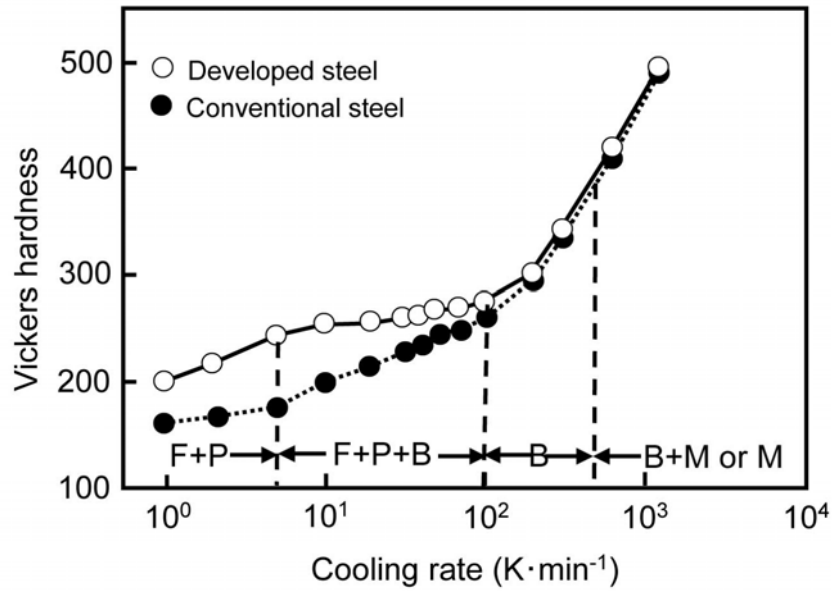


Fig.1.13 Effect of cooling rate on hardness of a conventional non heat-treated steel and the developed non heat-treated steel with self-correcting function for mechanical properties [24].

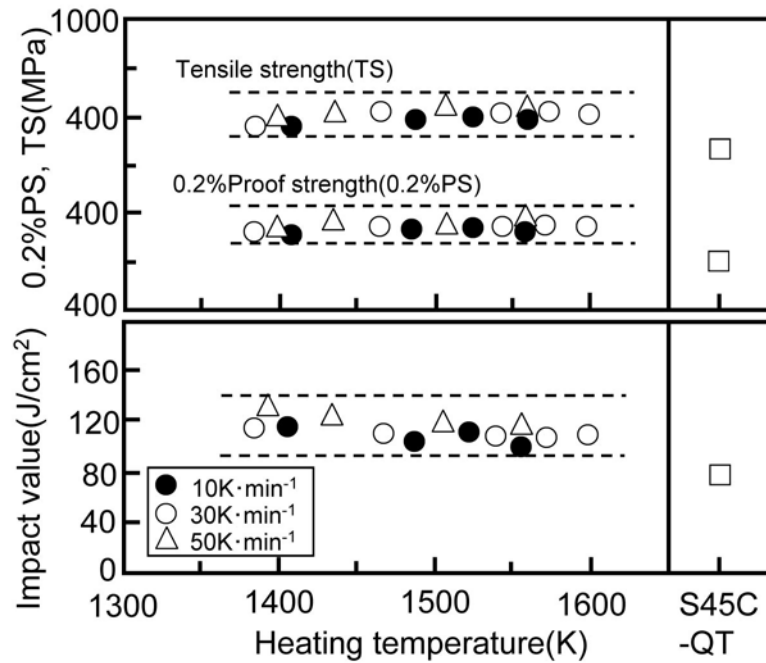


Fig.1.14 Effect of heating temperature and cooling rate on mechanical properties of the developed non heat-treated steel with self-correcting function for mechanical properties [24].

Fig. 1.15[2]と Fig. 1.16[20]にそれぞれ示す。また、開発された非調質鋼のタイプと自動車部品への適用例を Table 1.1 に示す[20]。このように非調質鋼は機械構造用炭素鋼の調質処理材の代替として適用されるに至った。しかし、SCM435 や SCM440 に代表されるクロムモリブデン鋼材の代替鋼としての適用例はほとんどない。機械構造部品の設計は、材料が塑性変形すると機械部品としての役割を果たすことができなくなることから、引張強さではなく降伏強さを基準に設計されるのが一般的である。機械構造用炭素鋼鋼材およびクロムモリブデン鋼鋼材の調質材[25]と公表されている各種非調質鋼[26-32]の引張強さと降伏強さの関係を Fig. 1.17 に示す。図中の破線は、0.6~1.0 までの降伏比（＝降伏強さ/引張強さ）を示している。調質鋼と比較して、いずれの非調質鋼も同一引張強さにおいて降伏強さが低い、すなわち降伏比が低い傾向があることが認められる。実用化が進んでいる 800MPa 級鋼に関しては、調質鋼に比べて降伏強さが若干低値になる傾向にあるもののほぼ同等の特性が得られている。しかし、900MPa を超える強度クラスに関しては、いずれの非調質鋼も降伏強さが調質鋼よりも低値であるため、調質鋼と同等の降伏強さを達成するためには、引張強さを過大に増加させる必要がある。例えば、降伏強さ 800MPa の場合、調質鋼では引張強さ 950MPa であるのに対して、非調質鋼の場合には 1100～

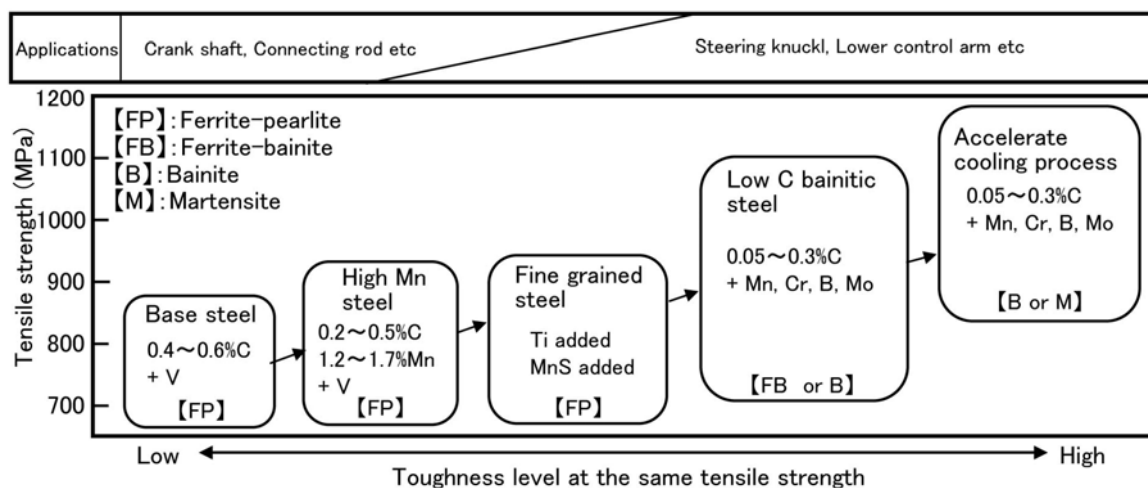


Fig.1.15 Relationship between tensile strength and toughness of non heat-treated steel for hot forging process [2].

1200MPa まで高強度化する必要がある。このような過度な引張強さの上昇は、被削性の低下や水素による遅れ破壊を招くため好ましくない。したがって、今後の非調質鋼の適用用途拡大のためには降伏比の増大が必須である。そこで、本研究では非調質鋼の中でも最も適用用途の多い熱間鍛造用非調質鋼に注目し、調質鋼と同等の降伏比、すなわち降伏比 ≥ 0.8 を達成することを目標とする。**Fig. 1.18** に本論文の目的とする非調質鋼の応力-ひずみ曲線の概念を示す。設計降伏応力を満足するように従来非調質鋼を強化すると、図の青線で示したように引張強さが過剰となる。本研究の目指すのは、赤線で示した降伏比の高い応力-ひずみ曲線であり、引張強さの過度な増加を抑制することで、被削性の低下や耐遅れ破壊特性の低下を抑制することが可能となる。

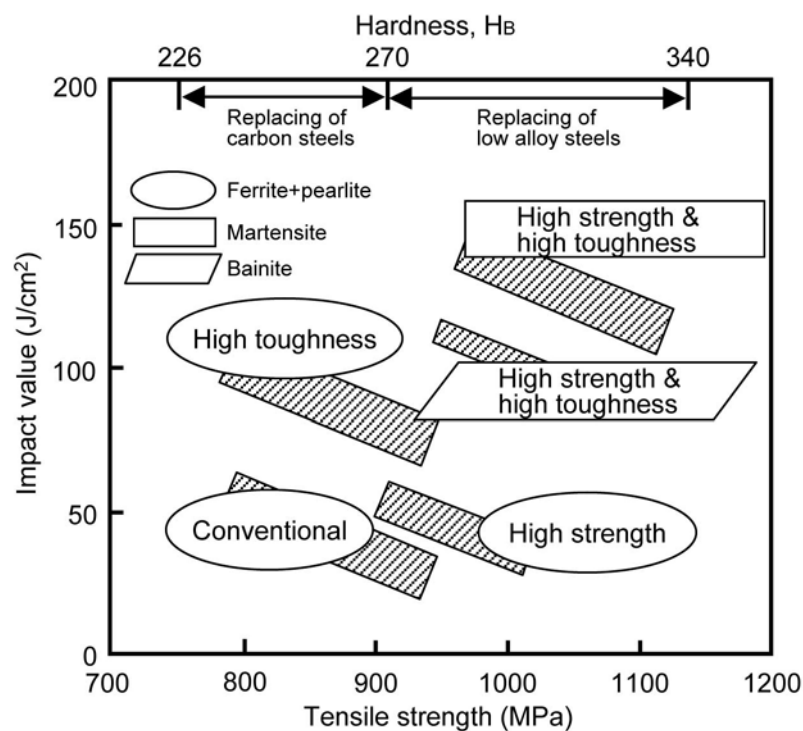


Fig.1.16 Relationship between tensile strength and Charpy impact value of non heat-treated steels [20].

Table 1.1 Classification and applications of non heat-treated steels for automotive components [20].

Type of non heat-treated steel	Microstructure	Chemical composition	Application for automotive components
Basic	F-P	Medium C	<ul style="list-style-type: none"> •Connecting rod •Crank shaft •Front hub •Lower control arm
High toughness	F-P	Medium C+high Mn+V+Ti Low C+high Mn+V+S	<ul style="list-style-type: none"> •Lower control arm •Steering knuckle •Front hub
High strength	F-B	Medium C+high Mn+highV	<ul style="list-style-type: none"> •Front hub •Connecting rod
High strength and high toughness	M	Ultra low C+high Mn+Cr+B+Ti, Nb	<ul style="list-style-type: none"> •Knuckle spindle

F: ferrite, P: pearlite, B: bainite, M: martensite

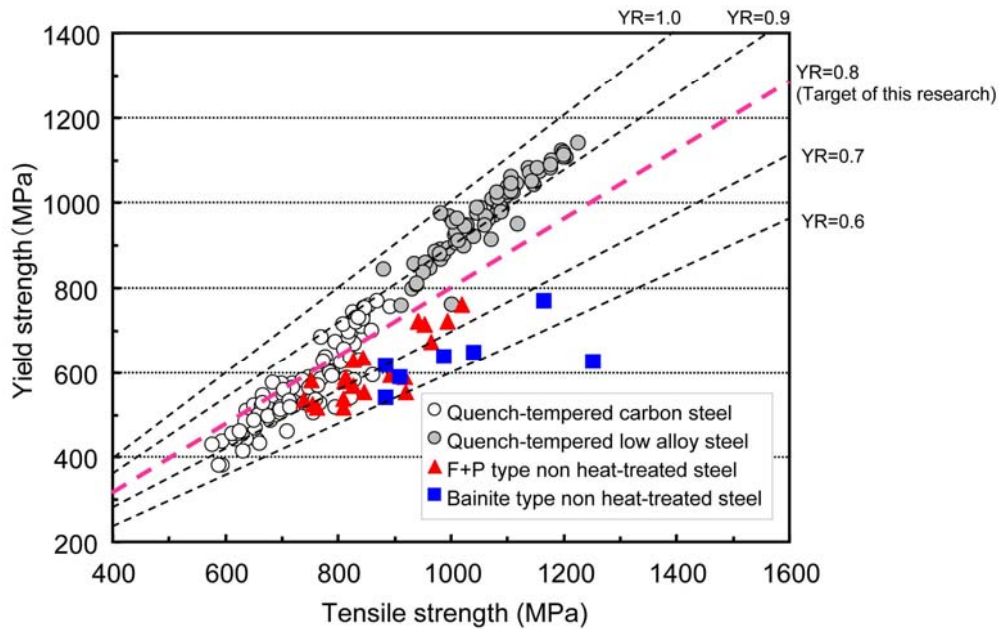


Fig.1.17 Relationship between tensile strength and yield strength of conventional quench-tempered steels and various types of non heat-treated steels [25-32]

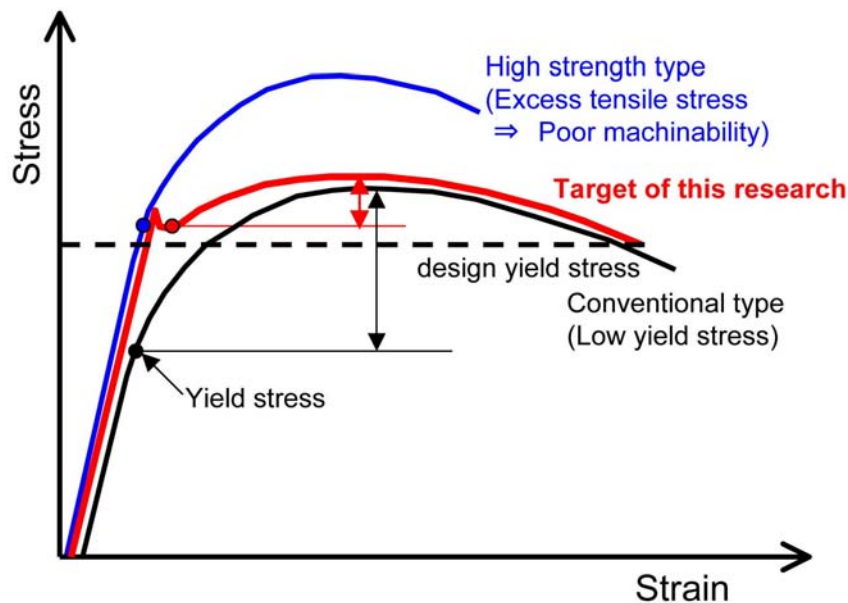


Fig.1.18 Schematic illustration showing an ideal stress-strain curve (red) of non heat-treated steel comparing to conventional (black) and high strength type (blue) of non heat-treated steels.

1. 2 本研究の目的と意義

鋼の強化方法として、固溶強化、転位強化、析出分散強化および結晶粒微細化強化が知られている。中でも結晶粒微細化強化は高い降伏強さが得られ、靱性も高いことから重要保安部品に用いられる熱間鍛造部品の強化方法としては好適である。結晶粒微細化に関する研究は、これまで低炭素鋼の厚板・薄板分野を中心に研究が進められ、①過冷オーステナイトの大圧下加工により動的 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態によって微細粒を得る大圧下加工法[33]、②高温フェライト域での、多パス温間大ひずみ加工によって、再結晶を利用して微細粒を得る方法[34, 35]、③低温フェライト域～室温で繰り返し加工、もしくは加工後の焼鈍により、サブグレインを大角化してフェライトを微細化する方法[36]、などが提案されている。この中で、熱間鍛造プロセスに適用可能なプロセスは低温加工を必要としない①と②のプロセスである。しかし、プロセス①の場合には、過冷オーステナイトを得るために、バルク材では適用困難なレベルの冷却速度（例えば、 $50\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$ ）が必要

であること、温間加工時に変形抵抗が増大し、実プロセスでの加工が困難なことが不利な点として挙げられる。また、プロセス②の場合には、トータル圧下率 90%以上の温間高ひずみ加工が必要であり、温度を温間域に維持するために加工途中に何度も再加熱することが必要であること、さらに、プロセス①と同様に温間加工時に変形抵抗が増大する問題などがあり、いずれも実鍛造プロセスでの適用を困難にしている。したがって、熱間鍛造プロセスにおいて微細粒製造技術を適用するためには、①過冷オーステナイトを得るために急冷処理を要しないこと、②熱間鍛造プロセスで適用可能な 1 パス当たりの圧下率 50~60%程度で微細粒組織の造り込みが可能であること、および共通の課題として変形抵抗の低減が必要である。

フェライト単相鋼の降伏強さに及ぼす結晶粒径の影響については、次式で表される Hall-Petch (以後、H-P) の関係[37, 38]が成り立つことが知られている。

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_1 \cdot d^{-\frac{1}{2}} \quad (1. 1)$$

ここで、 σ_y : 降伏応力、 σ_0 , k_1 : 材料定数、 d : 結晶粒径、である。近年、結晶粒微細化に関する研究が積極的に行われるようになり、H-P の関係が微細粒組織鋼にも適用できるか否かの検討が行われ、ARB 法によって IF 鋼を微細化した辻ら[39]の実験において、 $0.3 \mu\text{m}$ 程度の粒径まで H-P の関係が成り立つことが確認されている。 $0.10 \sim 0.30 \text{mass}\% \text{C}$ 鋼を用いて、多軸多パス圧延によって得られた微細組織鋼のフェライト粒径と降伏強さの関係を **Fig. 1. 19** に示す[34]。熱間鍛造部品で最も多く用いられている強度レベルである $800 \sim 900 \text{MPa}$ 級の機械構造用炭素鋼調質材の降伏強さは $600 \sim 700 \text{MPa}$ であり、少なくともこれと同等の降伏強さを微細粒組織で達成するためには、 $1 \mu\text{m}$ 以下の微細化が必要であることがわかる。

結晶粒微細化による強化は、**Fig. 1. 19** で示したように降伏強さ 1GPa 程度までの強化には適用可能であるが、さらに高強度が要求される熱間鍛造部品、例えば、ハイテンボルトなどのように 1GPa を超える降伏強さが必要とされる部品への適用は困難である。焼戻しマルテンサイト鋼並に高強度化が可能な鋼として、残留オーステナイトを組織形成に積極的に利用した高強度ベイナイト鋼 (いわゆるスーパーベイナイト) が開発されている[40, 41]。この鋼は、ベイナイトプレートとプレート間に生成する層状の残留オーステナイトによって組織が構成されているため、フェライトの微細化効果により焼戻しマルテンサイトに匹敵する硬さが得られている。一方、ベイ

ナイト変態によって生成する残留オーステナイトには、層状残留オーステナイトだけではなく、加工・変形中のひずみ誘起マルテンサイト変態を起こすブロック状残留オーステナイトも生成し、これが高降伏比化の妨げとなっている。したがって、熱間鍛造部品に高強度ベイナイト鋼を適用するためには、残留オーステナイト制御による降伏比の向上が技術的な課題である。

以上に示したように、熱間鍛造部品の降伏強さ向上の観点から微細組織鋼と高強度ベイナイト鋼の適用は有効であると考えられるが、実用的観点からは多くの解決すべき課題がある。本研究では、これら課題を解決し、熱間鍛造プロセスで実現可能な非調質鋼の降伏強さ向上に取り組む。

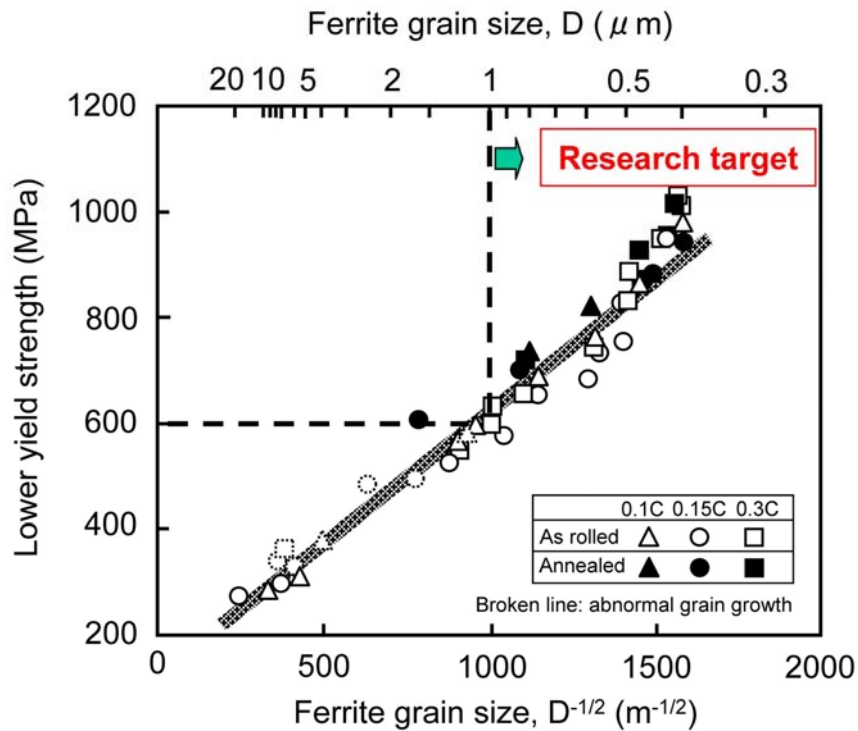


Fig.1.19 Relationship between ferrite grain size and lower yield strength in low carbon steels [34].

1. 3 本論文の構成と内容

以上で述べたように、本研究では、機械構造部品の降伏強さ向上の観点から、従来技術の課題をブレークスルーすることによって、非調質鋼の降伏強さ向上を図る。すなわち、降伏強さを向上させる組織として微細粒組織とベイナイト組織に着目し、熱間鍛造プロセスによって製造する機械構造部品の降伏強さ向上を非調質プロセスで達成することを目的とする。ここで非調質プロセスとは、熱間鍛造に必要な素材の加熱以外にいかなる再加熱処理も行わないプロセスと定義する。鍛造中、もしくは鍛造後の冷却途中の等温保持プロセスや鋼材を部分的に冷却した後、自己保有熱で復熱するようなケースは、再加熱処理を行わないため、非調質プロセスに含まれるものとする。本論文の構成を以下に示す。

第1章（本章）は、本研究の背景として、機械構造用非調質鋼の種類と特性および現状の課題について述べ、本研究の目的を示す。

第2章では、Cu含有鋼に大圧下法を適用し、Cuの粒界偏析によるオーステナイトの過冷現象[42]を利用した微細組織鋼の造り込みを検討する。すなわち、熱間鍛造前の加熱工程におけるCuの粒界偏析を生じた過冷オーステナイトを温間加工することで、動的 γ/α 変態、およびそれに引き続いて発現するフェライトの動的再結晶を利用して平均粒径 $2.1\mu\text{m}$ の微細粒組織を得ることができる。また、加工中の動的変態と動的再結晶を利用することで変形抵抗の増大抑制を達成できる。

第3章では、微細フェライト組織鋼を得るための手法として再結晶法に着目し、初期組織、鋼組成、加工条件の最適化により、熱間鍛造部品の部分強化に好適な微細粒製造プロセスを検討する。初期組織をマルテンサイトとすることで、従来は2.4以上必要であるとされていた微細粒組織造り込みに必要なひずみ量を大幅に低減し、0.6mass%C鋼を用いたひずみ量1の加工で平均粒径 $0.5\mu\text{m}$ の超微細粒組織を得ることができる。

第4章では、高強度ベイナイトの残留オーステナイト形態制御の観点から、変態中の応力付与および多段恒温変態を検討する。変態中に弾性範囲内の応力を付与してベイナイトの成長方向を制御することで、ブロック状残留オーステナイトの生成を抑制することができる。また、二段恒温変態処理では、ベイナイトの不完全変態現象[43]を利用し、一段目の恒温変態で生成したブロ

ック状残留オーステナイトを二段目の恒温変態により微細なベイナイト組織に変態させることでブロック状残留オーステナイトの生成を制御できる。

第5章では、第2章から第4章までで得られた知見をもとに、熱間鍛造用中炭素非調質鋼の降伏強さを改善するための現実的なプロセスを提案する。提案プロセスを模擬した熱加工パターンを実験室で再現し、微細フェライト粒鋼において下降伏応力 942MPa、降伏比 0.90 を、高強度ベイナイト鋼において、0.2%耐力 1210MPa、降伏比 0.80 の優れた特性を達成できる。

第6章では、第2章から第5章で得られた研究成果を総括する。

参考文献

- [1] 森元秀, 鈴木正実, 岩間直樹, 野村一衛: 自動車技術会学術講演前刷集, 941 (1994), pp. 81-84
- [2] 野村一衛: まてりあ, Vol. 34, No. 6 (1995), pp. 705-709
- [3] C. Fordl, A. Randak, and K. Vetter: Harterei-Technisch Mitteilungen, 29 (1974), p. 169
- [4] 門脇恵洋, 野村一衛: 日本金属学会東海支部・日本鉄鋼協会東海支部講習会テキスト「低成長時代の材料と加工技術」(1994), pp. 9-17
- [5] 松島義武, 長谷川豊文: R&D 神戸製鋼技報, Vol. 47, No. 2 (1997), pp. 46-49
- [6] 加藤哲男, 渡辺敏幸: 特殊鋼, Vol. 31, No. 11 (1982), pp. 8-14
- [7] 門脇恵洋: 特殊鋼, Vol. 37, No. 11 (1988), pp. 9-13
- [8] A. T. Davenport and P. C. Backer: Met. Trans., Vol. 2 (1971), p. 2962
- [9] Y. Ohmori, A. T. Davenport and R. W. Honeycombe: Trans. Iron Steel Inst. Jpn., Vol. 12 (1972), p. 128
- [10] 例えば, S. A. Parsons and D. V. Edmonds: Mater. Sci. Technol., Nov (1987), Vol. 3, pp. 894-904
- [11] 大谷泰夫, 中里福和: 鉄と鋼, Vol. 68 (1982), S1279
- [12] 山本俊郎, 相沢武, 横溝良雄, 福井康二: 鉄と鋼, Vol. 70 (1984), S512
- [13] 鈴木伸一, 白神哲夫, 大鈴弘忠: 鉄と鋼, Vol. 72 (1986), S657
- [14] 中村守文, 松島義武, 中谷良行: 鉄と鋼, Vol. 73 (1987), S1217

- [15] I. Nomura, N. Iwama, and Y. Wakikado: Proc. THERMEC-88 (1988), p. 375
- [16] 松島義武, 中村守文, 椎名章人, 中谷良行, 秦高樹, 山本義則, 大河内則夫: CAMP-ISIJ, Vol. 5 (1992), pp. 781-784
- [17] 古原忠: 「鋼中介在物による変態と組織の制御」フォーラム研究報告書 (平成 10 年 5 月), (社) 日本鉄鋼協会学会部門 材料の特性と特性部会, pp. 93-104
- [18] 「自動車用材料の経済性に係わる諸要因の調査研究報告書」, (財) 機械振興会 経済研究所, 委託先 (社) 日本鉄鋼協会 (平成 8 年 2 月), p. 93
- [19] 勝亦正昭, 松島義武, 山本義則: 日本金属学会会報, Vol. 31, No. 6 (1992), pp. 547-549
- [20] 小島久義: CAMP-ISIJ, Vol. 5 (1992), pp. 772-776
- [21] 白神哲夫, 鈴木伸一, 石崎哲行, 安部隆, 三瓶哲也: 日本金属学会会報, Vol. 28, No. 4 (1989), pp. 316-318
- [22] 白神哲夫, 松本和明, 鈴木伸一, 石黒守幸, 城戸弘, 阿部隆: 日本鋼管技報, No. 122 (1988), pp. 149-156
- [23] 長谷和邦, 星野俊幸, 天野虔一: 川崎製鉄技報, Vol. 34, No. 1 (2002), pp. 1-6
- [24] 野村一衛, 岩間直樹, 花井義康: まてりあ, Vol. 34, No. 6 (1995), pp. 798-800
- [25] 「金属材料 疲労強度の設計資料 I (改定第 2 版)」, 日本機械学会編 (1982)
- [26] NKK (日本鋼管) 「高強度熱鍛非調質鋼」: 特殊鋼, 42 巻, 5 号 (1993), pp. 60-62
- [27] 子安善郎, 鈴木信一, 篠崎浩, 坂口聡, 石井伸幸: 製鉄研究, Vol. 320 (1986), pp. 20-27
- [28] 新日鉄 「熱間鍛造用非調質鋼」: 特殊鋼, 42 巻, 5 号 (1993), pp. 51-53
- [29] 松島義武, 中村守文, 椎名章人, 中谷良行, 秦高樹, 山本義則, 大河内則夫: CAMP-ISIJ, Vol. 5 (1992), pp. 781-784
- [30] 井上幸一郎, 中村貞行: 電気製鋼, Vol. 67, No. 1 (1996), pp. 56-61
- [31] 井上幸一郎, 中村貞行: 電気製鋼, Vol. 67, No. 1 (1996), pp. 19-25
- [32] 製品紹介: Sanyo Technical Report, Vol. 2, No. 1 (1995), pp. 109-110
- [33] Y. Adachi, T. Tomota, and S. Hinotani: Tetsu-to-Hagane, Vol. 85 (1999), p. 620
- [34] A. Ohmori, S. Torizuka, and K. Nagai: ISIJ Int., Vol. 44 (2004), No. 6, pp. 1063-1071

- [35] T. Hayashi, S. Torizuka, T. Mitsui, K. Tsuzaki, and K. Nagai: CAMP-ISIJ, Vol.12 (1999), p. 385
- [36] Y. Fukuda, K. Oh-ishi, Z. Horita, and T. G. Langdon: International Symposium on Ultrafine Grained Steels, (2001), p.156
- [37] E. O. Hall: Proc. of Phys. Soc. London, Vol.B64 (1951), p. 74
- [38] N. J. Petch: J. Iron Steel Inst., Vol.174 (1953), p. 25
- [39] N. Tsuji, R. Ueki, and Y. Minamino: Scripta Mater., Vol.47 (2002), p. 893
- [40] F. G. Caballero, H. K. D. H. Bhadeshia, K. J. A. Mawella, D. G. Jones, and P. Brown: Mater. Sci. Technol., March 2002, Vol. 18, pp.279-284
- [41] C. Garcia-Mateo, F. G. Caballero, and H. K. D. H. Bhadeshia: ISIJ Int., Vol.43 (2003), No. 8, pp. 1238-1243
- [42] 星野俊幸 : 九州大学学位論文 (2000)
- [43] H. K. D. H. Bhadeshia and D. V. Edmonds: Metall. Trans., Vol.10A (1979), pp. 895-907

第2章 Cu の粒界偏析現象を利用した低炭素鋼の結晶粒微細化

2. 1 緒言

鋼の基本的な強化方法として、固溶強化、転位強化、析出・分散強化および結晶粒微細化強化がある[1]。この中で結晶粒微細化は良好な強度・靱性バランスを得る方法として優れている[2-4]。現在、一般的に行なわれている鋼の結晶粒微細化法として、制御圧延-制御冷却法(TMCP法)[5]があり、 $5\mu\text{m}$ 程度の細粒フェライト粒が得られている。しかし、更に結晶粒を微細化し、高強度化、高靱性化するには従来のTMCP法では限界があるため、最近では、新しい手法による結晶粒微細化法の研究が活発に行われ[1, 2, 6-8]、強度への寄与が低い小角粒界ではなく、大角粒界を有する結晶粒の微細化が検討されている[10]。これまでに研究されてきた結晶粒微細化法を大別すると変態法と再結晶法があり、前者では過冷オーステナイト状態での加工と変態[6, 11]、動的フェライト変態[12, 13]およびオーステナイトとフェライトの2相域での加工と変態[14]、後者では、フェライトの動的再結晶[15]や、マルテンサイト[16]やベイナイト[13]の強加工後の再結晶がある。熱間鍛造プロセスに結晶粒微細化法を適用する場合、過冷オーステナイト状態での加工と変態を利用する大圧下法[2]とフェライトの動的再結晶を利用する2種類の方法の適用が有効であると考えられる。しかし、いずれの手法も実鍛造プロセスに適用するためには、種々の課題があり実用化に至っていない。そこで、本章では、2種類の結晶粒微細化手法のうち、大圧下法による微細粒組織造り込みを検討し、フェライトの動的再結晶法による微細粒組織の造り込みを第3章で検討することとした。

大圧下法では、急冷処理により得られた過冷オーステナイトを1パス大圧下加工することで、粒径 $1.2\mu\text{m}$ の微細フェライト組織が得られている[6]。しかし、過冷オーステナイトを得るために $50\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$ 以上の高冷却速度での冷却が必要であること、温間鍛造時の変形抵抗が増大することから、実鍛造プロセスへの適用は困難であった。そのため、実現可能な冷却速度範囲で過冷オーステナイトが得られ、さらに温間鍛造時に変形抵抗が増大しない新しい大圧下法が求められている。

Fe-Cu 二元系合金において、Cu はオーステナイト域で長時間加熱すると粒界に偏析し、変態点を大きく低下させることが見出されている[17]。この現象を利用すれば、大圧下法において急冷

処理することなく鋼の過冷度を上昇させうる。また、Cu の粒界偏析現象を鋼の微細組織形成に利用できれば、環境保全や希少資源の有効利用といった観点からも好ましい。

そこで本章では、従来の大圧下法の課題を解決するために、Cu の粒界偏析によって得られた過冷オーステナイトからフェライトへの動的変態およびフェライトの動的再結晶の観点から、熱間加工による微細粒組織の造り込みについて検討した。

2.2 実験方法

2.2.1 供試鋼

供試鋼として 0.1mass%C-0.2mass%Si-0.2mass%Mn 鋼（以下、ベース鋼）と、これに Cu を 2mass% 含有した鋼（以後、2Cu 鋼）を用いた。供試鋼の化学組成を **Table 2.1** に示す。供試鋼はいずれも 100kg 真空溶製鋼であり、1273K で 3.6ks 加熱した後、熱間圧延により厚さ 60mm の鋼板に加工し、その後 1523K で 18ks の均質化処理を行って、各種試験に供した。

Table 2.1 Chemical composition of the steels examined.

Steel	(mass%)						
	C	Si	Mn	P	S	Al	Cu
Base	0.10	0.22	0.21	0.001	0.001	0.023	0.01
2Cu	0.11	0.22	0.22	0.001	0.001	0.025	1.97

2.2.2 熱処理および加工熱処理方法

供試鋼より直径 3mm、高さ 10mm の円柱状試験片を作製し、熱膨張計（Formastor-F、富士電波工機(株)製）を用いて、連続冷却変態特性を調査した。試験に用いた熱パターンを **Fig. 2.1(a)** に示す。供試鋼を 1223K で 1.0ks または 28.8ks 保持後、 $0.2 \sim 180 \text{ K} \cdot \text{s}^{-1}$ の冷却速度で室温まで冷却し、熱膨張計によりそれぞれの冷却速度における変態温度を測定した。**Fig. 2.2** に熱膨張曲線と変態点測定の例を示す。図に示すように相変態にともなう変態膨張の開始と終了温度をそれぞれ変態開始温度、変態終了温度とした。熱処理後の光学顕微鏡組織を観察し、変態温度と金属組織観察結果より組織を同定し、連続冷却変態曲線（以後、CCT 図）を作成した。2Cu 鋼の CCT 図より、加熱保持時間の増加によるフェライト変態開始温度の低下が最も大きい冷却速度であった $2 \text{ K} \cdot \text{s}^{-1}$ に着目し、フェライト変態開始温度に及ぼす加熱保持時間の影響を調査した。試験に

用いた熱パターンを Fig2.1 (b) に示す。供試鋼を 1223K で 1.0～28.8ks 保持後、 $2\text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$ の冷却速度で室温まで冷却し、熱膨張計により測定した膨張曲線より変態温度を測定した。

供試鋼より直径 8mm、高さ 12mm の円柱状試験片を作製し、熱間加工再現試験装置 (Thermecmastor-Z、富士電波工機 (株) 製) を用いて加工熱処理を行った。熱加工パターンを Fig. 2.3 に示す。供試鋼をオーステナイト域温度で 14.4ks 加熱保持後、 $2\text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$ で冷却し、フェライト域～オーステナイト域温度に相当する 873～1223K の種々の温度において、ひずみ速度 1 s^{-1} で圧下率 50% の単軸圧縮加工を行った。加工後の組織を凍結するために、圧縮加工後、直ちに $50\text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$ で室温まで急冷した。

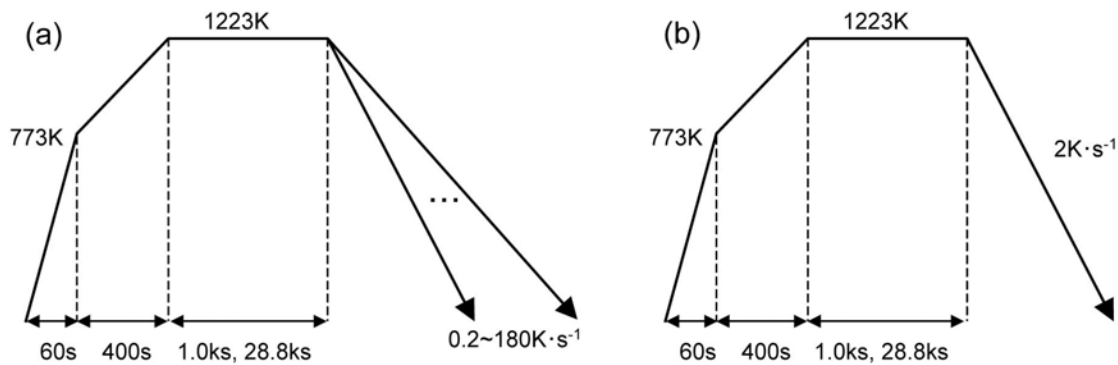


Fig. 2.1 Schematic illustrations of the heat treatments for studying (a) the effect of cooling rate on transformation temperature and (b) the effect of soaking time on transformation temperature.

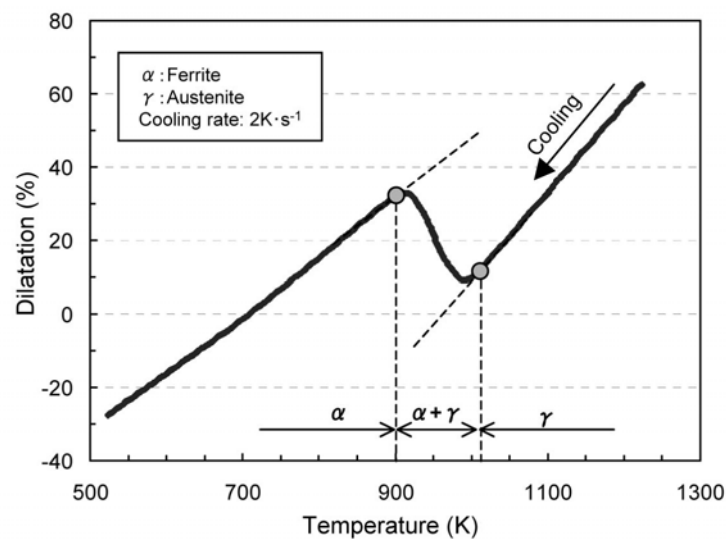


Fig. 2.2 Change in specimen length during cooling at $2\text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$ after heating at 1223K for 1.0ks.

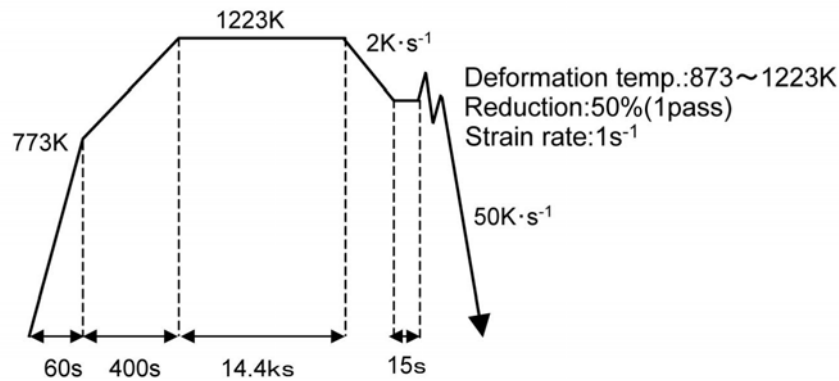


Fig. 2.3 Schematic illustration of the thermo-mechanical treatment for studying the deformation induced dynamic transformation from austenite to ferrite.

2. 2. 3 組織観察および定量化方法

加工熱処理後の試験片の中心を通り圧縮軸に平行な面を切断した後、導電性樹脂に埋め込み、エメリー紙およびダイヤモンドペーストで研磨した。アルミナで鏡面仕上げ研磨を行った後、3% ナイタル液で腐食し、試験片中央部の金属組織を光学顕微鏡により観察し、切片法によりフェライト粒径を定量化した。

圧縮試験により得られた組織について、SEM（日立製 S-4300 特 SE、加速電圧 15 kV）内での Electron Back Scattering Diffraction（以後、EBSD）法により組織描写および隣接する結晶粒の方位差を解析した。光学顕微鏡による観察面と同一面をアルミナバフで鏡面に仕上げ、ひずみを取り除くため、さらに水バフ研磨を施し、測定に用いた。50 μm \times 50 μm の領域について、0.4 μm ステップで菊池線を測定し、その後、TSL 社製の解析ソフトウェアを用いて結晶粒の組織描写を行うとともに、隣接する結晶粒界の方位差を測定した。

2. 3 実験結果

2. 3. 1 フェライト変態開始温度に及ぼす加熱時間の影響

ベース鋼と 2Cu 鋼の連続冷却変態曲線を Fig. 2.4 に示す。ベース鋼では加熱保持時間を 1.0ks から 28.8ks に増加させても連続冷却変態曲線にはほとんど変化が認められなかったが、2Cu 鋼では保持時間の増加により顕著な変化が認められた。すなわち、保持時間の増加にともない、ベイナイト生成域が長時間側に移行するとともに、フェライト変態開始温度が低下した。オーステナイト域での保持時間と変態温度の関係を明確にするために、フェライト変態開始温度の低下が最も大きい $2\text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$ の場合について、オーステナイト域での加熱保持時間とフェライト変態開始温度 A_{r3} および過冷度 ΔT との関係を Fig. 2.5 に示す。 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態が C の原子拡散によって律速される場合の ΔT は A_{e3} 温度と A_{r3} 温度の差で表されることが知られており [18]、ここでは、 $\Delta T = A_{e3} - A_{r3}$ 、として算出した。ベース鋼と 2Cu 鋼の A_{e3} 温度については、Fe、C、Si、Mn、Cu の 5 元素の添加量から Thermo-Calc. を用いた計算によって得られた A_{e3} 温度を用いた。ベース鋼と 2Cu 鋼の A_{e3} 点はそれぞれ 1145K と 1100K であった。ベース鋼は、保持時間にほとんど関係なく A_{r3} 温度はほぼ一定値を示していたが、2Cu 鋼では保持時間の増加にともない A_{r3} 温度が大きく低

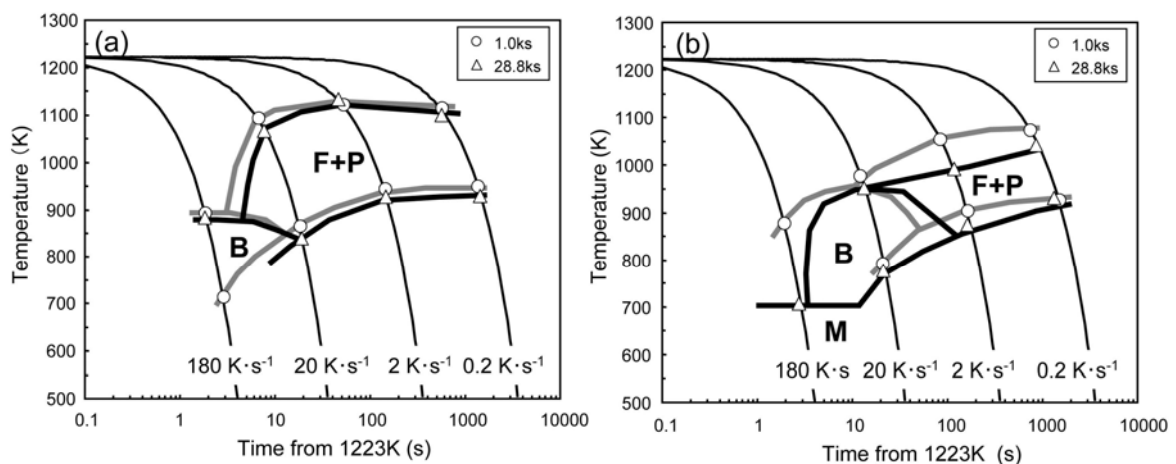


Fig. 2.4 CCT diagrams for (a) the base steel and (b) the 2Cu steel. The steels were austenitized at 1223K for 1.0 ks or 28.8 ks, followed by cooling at cooling rate of 0.2 to 180 $\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$. M, B, F, and P in the figures denote martensite, bainite, ferrite and pearlite phase, respectively.

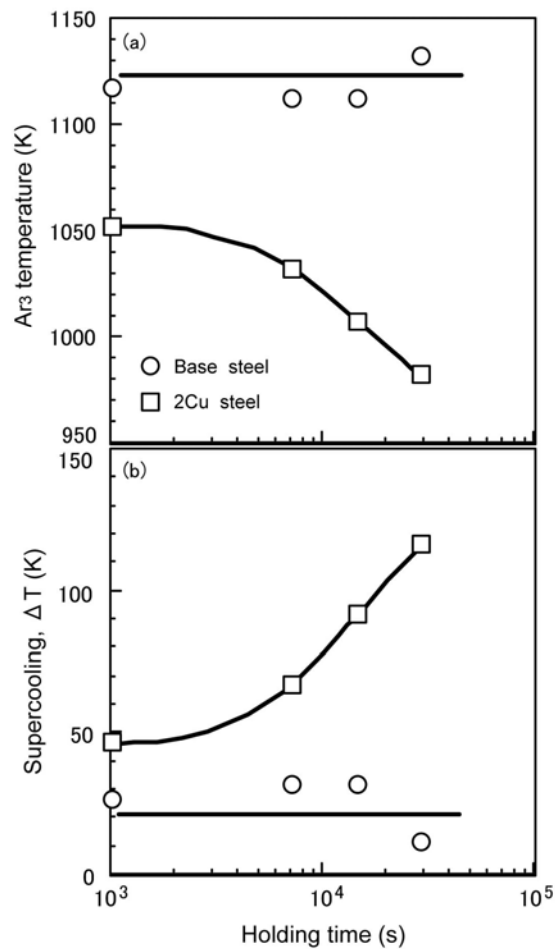


Fig.2.5 Effect of holding time in an austenite region on both (a) A_{r3} temperature and (b) supercooling ΔT . The steels were austenitized at 1223K for 1.0ks to 28.8ks, and then cooled at a cooling rate of $2 \text{ K} \cdot \text{s}^{-1}$.

下した。その結果、過冷度 ΔT は、ベース鋼では約 20K でほぼ一定であったのに対して、2Cu 鋼では保持時間が長くなるにつれ増大し、28.8ks 保持材では約 120K に達した。

2. 3. 2 熱間加工中の変形応力

ベース鋼と 2Cu 鋼を 1223K に 14.4ks 加熱した後、873~1223K で 1 パス 50% 圧縮加工したときの真応力-真ひずみ曲線（以後、S-S カーブ）を **Fig. 2.6** に示す。ベース鋼では、1223K 加工材の S-S カーブは、最大応力のあとに応力が低下する動的再結晶型[12]を示したが、加工温度が低

下するにつれて加工硬化と回復が同時に起こり、応力がほぼ一定となることを特徴とする加工硬化+動的回復型の挙動[12]へと変化した。一方、2Cu 鋼の場合、1223K 加工材では動的再結晶型の挙動を示したが、1083K 加工では加工硬化型となり、さらに加工温度が低下するとベース鋼と同様に加工硬化+動的回復型の挙動を示した。

加工温度と変形応力の関係を明確にするために、S-S カーブにおける最大応力と加工温度の関係を **Fig. 2.7** に示す。図中には連続冷却変態曲線より得られた無加工材の A_{r1} 温度、 A_{r3} 温度および計算によって得られた A_{e3} 温度を示している。ベース鋼は、 A_{r3} 温度以上のオーステナイト域では高い変形抵抗を示し、1223K から加工温度が低下するとともに変形応力が増加して A_{r3} 温度で最大値を示す。オーステナイトとフェライトが共存する 2 相域に入ると変形抵抗は急激に低下する。この挙動は、従来から報告されている鋼の変形抵抗の加工温度依存性[12]と同様である。一方、2Cu 鋼では、オーステナイト域の 1223K から 1083K まではベース鋼と同様に温度の低下とともに変形応力は増加したが、 A_{r3} 温度から 1063K の温度範囲での加工では、オーステナイト域であるにもかかわらず変形応力がほぼ半減している。 A_{r3} 温度からさらに温度が低下すると、温度低下とともに変形抵抗が増加した。

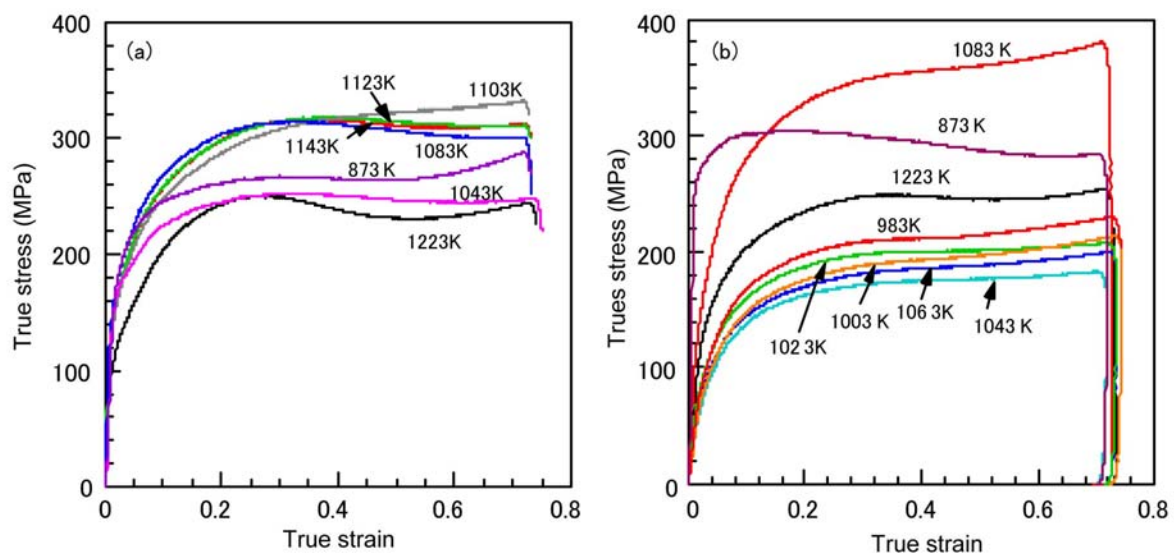


Fig.2.6 True stress-strain curves of (a) the base steel and (b) the 2Cu steel in the compression deformation of 50% reduction at various temperatures. The strain rate was $1s^{-1}$.

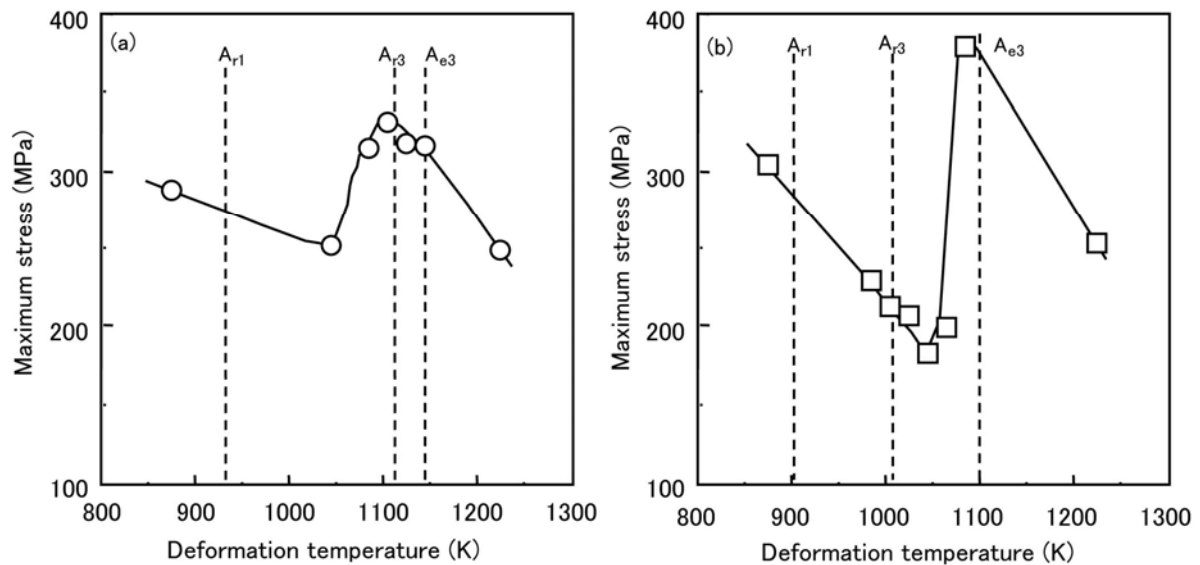


Fig.2.7 Changes in the maximum stress as a function of deformation temperature in (a) the base steel and (b) the 2Cu steel, which are obtained from the results of Fig.2.6.

2. 3. 3 熱間加工後のミクロ組織

ベース鋼を 1223K で 14.4ks 加熱保持後、 $2\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$ で冷却し、873～1223K で加工後ただちに急冷した鋼の光学顕微鏡観察組織を Fig. 2. 8 に示す。ベース鋼の金属組織は、いずれもフェライトと少量のパーライト（写真中の黒色組織）よりなるが、その形態は加工温度によって異なっていた。すなわち、1223K および 1123K 加工材は等軸フェライト組織であるが、1103K 加工材では圧縮方向に垂直な方向（写真の左右方向）にやや伸長したフェライトが認められた。1143K 加工材ではより伸長したフェライトと微細な等軸フェライトの混合組織となり、873K 加工材は顕著に伸長した加工組織が認められた。ベース鋼無加工材の A_{c3} 、 A_{r3} および A_{r1} 温度はそれぞれ 1183K、1113K および 933K であるので、このような加工温度による組織の相違は、加工時の鋼がどの相であるかに起因する。すなわち、1223K 加工材は安定オーステナイト域での加工、1103K、1083K および 1043K 加工材は $(\gamma + \alpha)$ 2 相域での加工、さらに 873K 加工材はフェライト域で加工されたことが組織形成に大きく影響している。

2Cu 鋼のミクロ組織を Fig. 2. 9 に示す。2Cu 鋼の A_{c3} 、 A_{r3} および A_{r1} 温度はそれぞれ 1133K、1108K および 903K であった。安定オーステナイト域である 1223K で加工した供試鋼の組織は、ベース

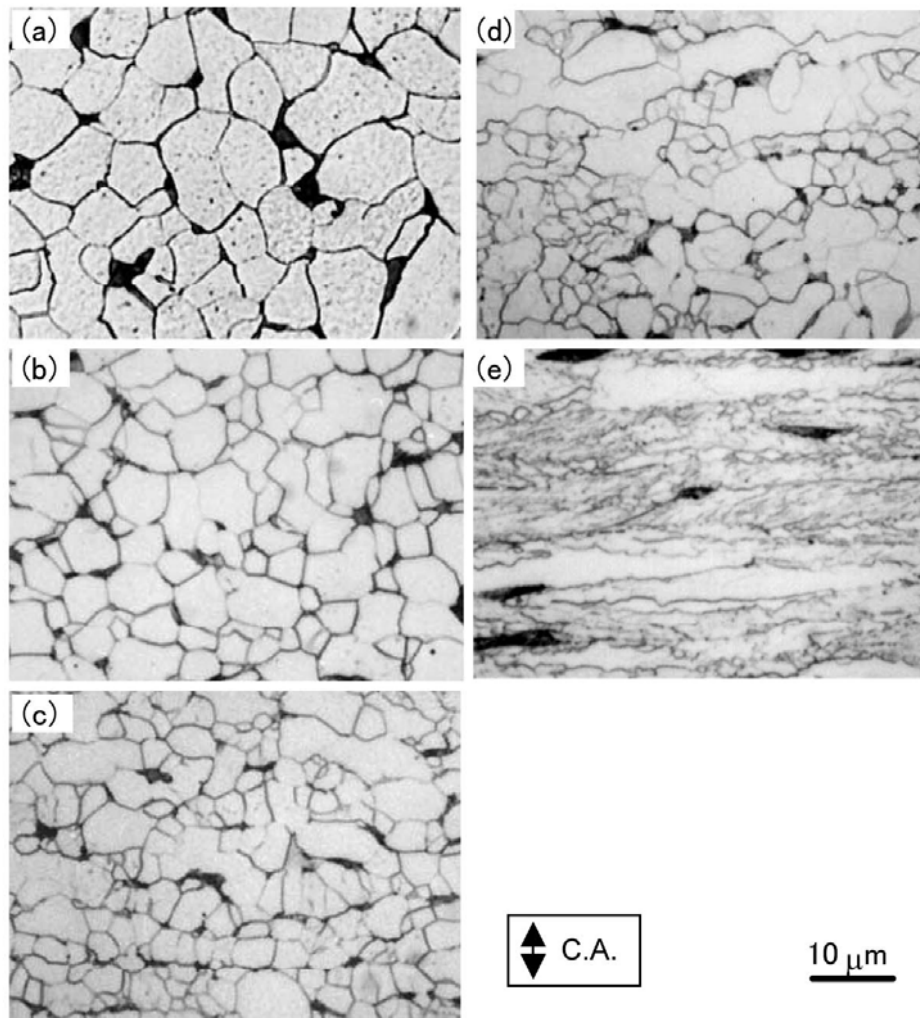


Fig.2.8 Optical micrographs of the base steel after deformation with a reduction of 50% at (a) 1223K, (b) 1103K, (c) 1083K, (d) 1043K, and (e) 873K. The A_{c3} , A_{r3} and A_{r1} temperatures of the steel measured by dilatometer were 1183K, 1113K, and 933K, respectively.

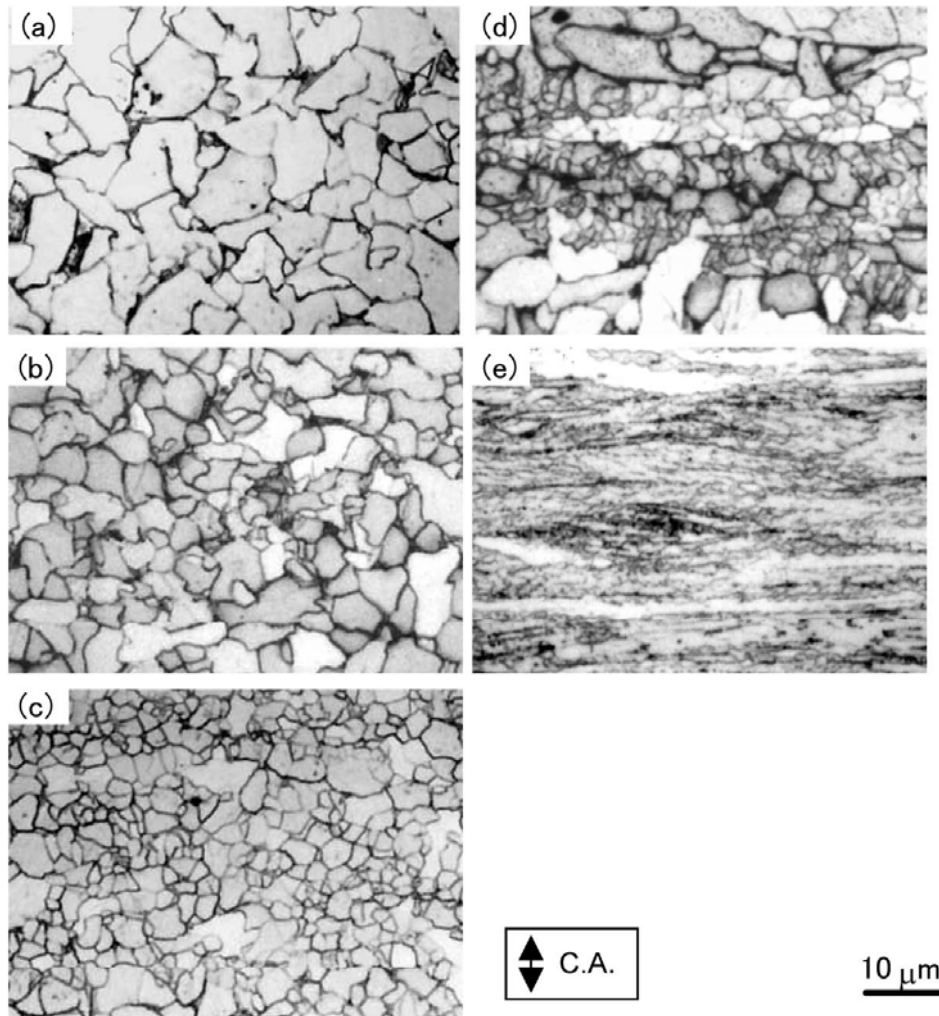


Fig.2.9 Optical micrographs of the 2Cu steel after deformation with a reduction of 50% at (a) 1223K, (b) 1063K, (c) 1043K, (d) 1023K, and (e) 873K. The A_{c3} , A_{r3} and A_{r1} temperatures of the steel measured by dilatometer were 1133K, 1008K, and 903K, respectively.

鋼同様にフェライトと少量のパーライトからなる。オーステナイト域の A_{c3} 温度と A_{r3} 温度の間の温度で加工された 1063K、1043K および 1023K 加工材には、光学顕微鏡観察組織レベルではフェライト相のみが観察された。また、加工温度の低下にともないやや伸長したフェライト粒も認められた。さらに 873K 加工材はベース鋼と同様に顕著に伸長した加工組織となっていた。ベース鋼と 2Cu 鋼で最も微細な組織が得られた加工温度はそれぞれ 1103K と 1043K であり、それぞれ ($\alpha + \gamma$) 2 相域温度である A_{r3} 直下温度と過冷オーステナイト域である $A_{r3} \sim A_{e3}$ 間温度であった。2Cu 鋼において、最も微細な等軸フェライト粒が得られ、その平均結晶粒径は $2.1 \mu\text{m}$ であった。2Cu 鋼で最も微細なフェライト粒が得られた 1043K 加工材のフェライト粒の結晶粒間方位差を EBSD により測定した。測定結果を Fig. 2.10 に示す。方位差 15 度以上の大角粒界の割合は 85% であり、微細な等軸フェライト粒の結晶方位はランダムであった。

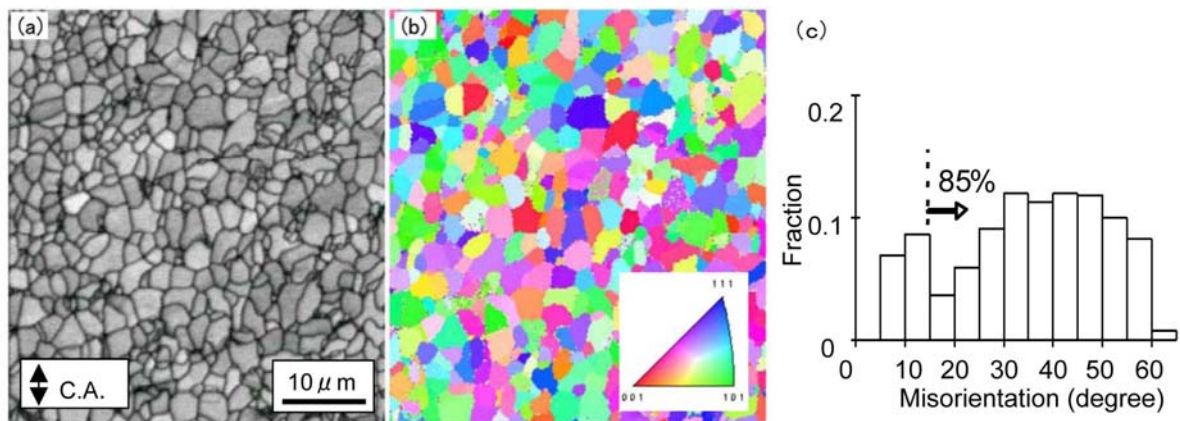


Fig.2.10 Image quality (a), orientation imaging map (b), and distribution of misorientation (c) of the fine grained ferrite in the 2Cu steel obtained by the deformation of 50% reduction at 1043K.

2. 4 考察

2. 4. 1 Cu 添加による A_{r3} 温度低下のメカニズム

変態温度の低下は同一温度における核生成速度 I が低下することと等価である。古典的核生成論によれば、 I は次式で表される [19]。

$$I = Z \cdot N \cdot \beta \cdot \exp\left(-\frac{\Delta g^*}{RT}\right) \quad (2.1)$$

ここで、N：核生成サイトの密度、 β ：臨界核に溶質原子が到達する頻度（拡散係数Dと関係する）、Z：Zeldovich 因子である。また、 Δg^* は次のように表すことができる[20]

$$\Delta g^* = A \cdot \frac{\sigma^3}{\Delta G_v^2} \quad (2.2)$$

ここで、 σ ：単位面積当たりの界面エネルギー、 ΔG_v ：新相ができることによる単位体積当たりの自由エネルギー低下量（核生成の駆動力）、A：形状による係数、である。また、Nはオーステナイト粒径dと次式の関係がある[21]。

$$N \propto 1/d \quad (2.3)$$

同一温度でIを低下させる要因としては、(2.1) 式と (2.2) 式からNの低下および Δg^* の増加を挙げることができる。Nを低下させる要因は(2.3) 式からオーステナイト粒径の増加がある。また、 Δg^* の増加の要因には σ の増加がある。 $\Delta \sigma$ は、オーステナイト粒界上へ核生成する場合、母相 γ と新相 α との間の界面エネルギー $\sigma_{\gamma\alpha}$ およびオーステナイト間の粒界エネルギー $\sigma_{\gamma\gamma}$ を用いて次のように表される[22]。

$$\Delta \sigma = c \sigma_{\gamma\alpha} - a \sigma_{\gamma\gamma} \quad (2.4)$$

ここでcおよびaは臨界核の形状によって決まる定数である。したがって、オーステナイト粒界への合金元素の偏析は、 $\sigma_{\gamma\gamma}$ を低下させることによりIを低下させる。これらのことから、変態開始温度の低下要因として、加熱時のオーステナイト粒径の影響および合金元素の粒界偏析に着目して、2Cu 鋼の加熱保持時間増加によるフェライト変態開始温度低下の機構を検討することとした。

各鋼の加熱時のオーステナイト粒径と A_{r3} 温度の関係を **Fig. 2.11** に示す。ベース鋼においては、保持時間が1.0ks から28.8ksに増加することにより、平均オーステナイト粒径は88 μm から126 μm に変化したが、 A_{r3} 温度はほぼ一定値を示した。一方、2Cu 鋼においては、保持時間の増加にともなう平均オーステナイト粒径の変化はベース鋼よりも少ないにもかかわらず、 A_{r3} 温度は1053K から983Kまで70K低下した。**Fig. 2.11** 中には、2Cu 鋼を1523Kで1.0ks加熱した場合のオーステナイト粒径と A_{r3} 温度との関係をプロットしている。1523K 加熱材のオーステナイ

ト粒径は 1223K 加熱材よりも粗大であるが、 A_{r3} 温度は 1023K であり、1223K で 14.4ks および 28.8ks 保持したものよりも高かった。これは 2Cu 鋼の A_{r3} 温度の低下が単にオーステナイト粒径の増加によるものではないことを示す。

次に、1223K で 14.4ks 保持後急冷した試験片について、旧オーステナイト粒界の偏析元素をオージェ分析により調査した。オージェによる分析は、真空中で現出した破面において行った。**Fig. 2.12** に破面の走査型電子顕微鏡（以後、SEM）像を示す。オージェによる点分析は、図中の矢印で示した箇所、すなわち（１）粒界破面と（２）へき開破面（粒内）において行った。得られたオージェスペクトルを **Fig. 2.13** に示す。現れたピークと測定位置の比較から、旧オーステナイト粒界には Cu が偏析していたことがわかる。さらに粒内と粒界において得られたそれぞれのスペクトル強度から Cu の濃度を定量化した。粒内の Cu 量が 1.38at%であったのに対して、粒界からは 2.74at%の Cu が検出され、粒内の約 2 倍の Cu が粒界に偏析していた。したがって 2Cu 鋼において、長時間の溶体化処理で A_{r3} 温度が低下した理由として、オーステナイト粒界への Cu

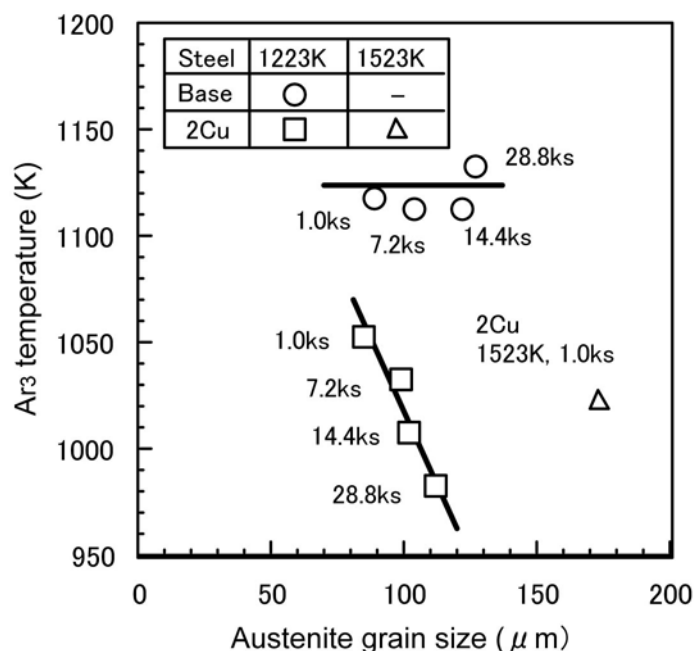


Fig.2.11 Relationship between austenite grain size and A_{r3} temperature of the steels. Austenitizing temperature was 1223K except for a special treatment at 1523K for 1.0ks.

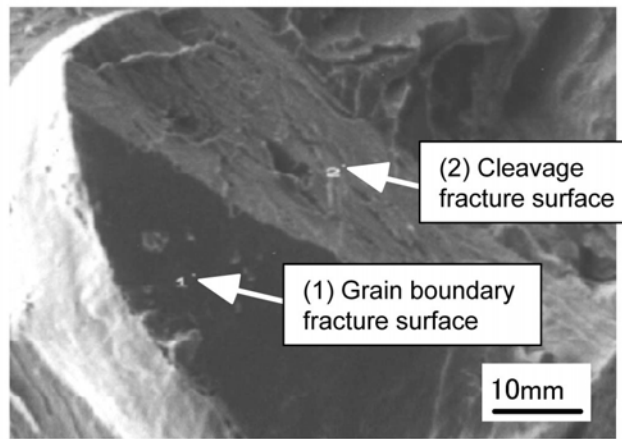


Fig.2.12 Scanning electron micrograph of a fracture surface in the 2Cu steel. The specimen was heated at 1223K for 14.4ks, and then quenched in water followed by tempering at 350K for 14.4ks. The heat treated specimen was fractured at -130K in the chamber of auger electron spectroscopy. Arrows denote the positions of auger analysis.

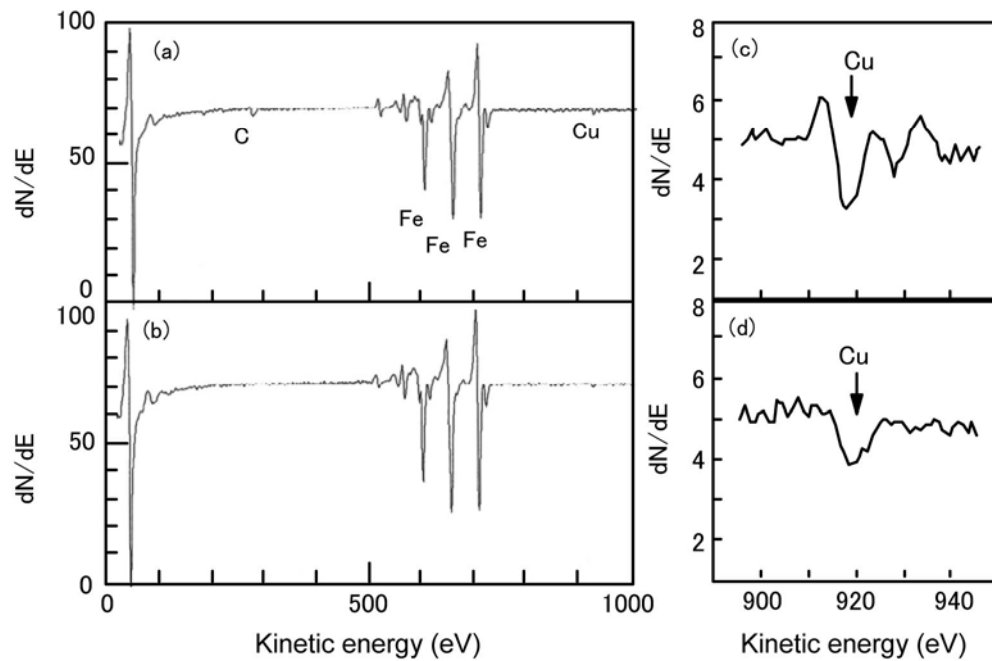


Fig.2.13 Auger electron spectra obtained from (a) grain boundary and (b) cleavage fracture surface. Spectra (c) and (d) are the magnified one for (a) and (b), respectively.

の偏析を挙げることができる。一般に Cu は Ni や Mn と同様な fcc 安定化元素であり [23]、Cu が粒界に濃化することによって粒界付近のオーステナイトが熱力学的に安定化して、その結果フェライトの核生成が抑制される。

2. 4. 2 Cu 添加鋼の熱間加工時の組織形成機構 動的 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態

Fig. 2. 7(a)に示すように、一般に最大応力-加工温度曲線は、オーステナイト域の低温になるほど応力は増加し、 A_{r3} 温度で最大となり、さらに 2 相域に入るとフェライトの生成により変形応力は低下する [24]。2Cu 鋼の場合、最大応力はオーステナイト域の 1083K で 380MPa とピーク値を示した後、同じくオーステナイト域である 1063K で大幅に変形応力が低下した。無加工材の A_{r3} 温度よりも高い温度でのこのような大幅な応力の低下は、過冷オーステナイトを加工することによる動的な $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態、ならびにこれに引き続くフェライトの動的再結晶の可能性を示唆している。1223K で 14. 4ks 加熱後の加工において、最も微細なフェライト組織が得られた 1043K での加工中の組織変化を観察するために、ひずみ量 0. 08、0. 42 および 0. 7 で加工した後、急冷処理を行った。試験片の光学顕微鏡組織を Fig. 2. 14 に示す。真ひずみ 0. 08 の試料では、未変態のオーステナイトから変態したベイナイト（一部マルテンサイトを含む）とそれとは明らかに形態が異なる粒界が凹凸したフェライト相が生成している。真ひずみ 0. 42 の試料は、粒界の滑らかな微細粒、粒界が凹凸した粗大粒および未変態のオーステナイトから変態したベイナイトの混合組織であり、一部の粗大なフェライト粒は圧縮方向に対して垂直な方向に伸張していた。真ひずみ 0. 7 の試料では、粗大なフェライトや伸長したフェライトは観察されず、全面が微細な等軸フェライト組織となっている。急冷材であるにも関わらず、このように加工ひずみの増加に伴うフェライト分率が増加していたことから、フェライトは加工により誘起された動的 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態で生成したものと考えられる。このことを明らかにするために、加工終了後の加熱過程での変態挙動を調べた。すなわち、1223K で 14. 4ks 加熱処理した 2Cu 鋼を 1043K で加工した直後、2 K \cdot s $^{-1}$ で昇温しながら試験片の熱膨張を測定した。結果を Fig. 2. 15 に示す。加熱中にフェライトからオーステナイトへの逆変態による収縮が現れており、1043K で加工中にフェライト変態、すなわち動的 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態が起ったことを示している。

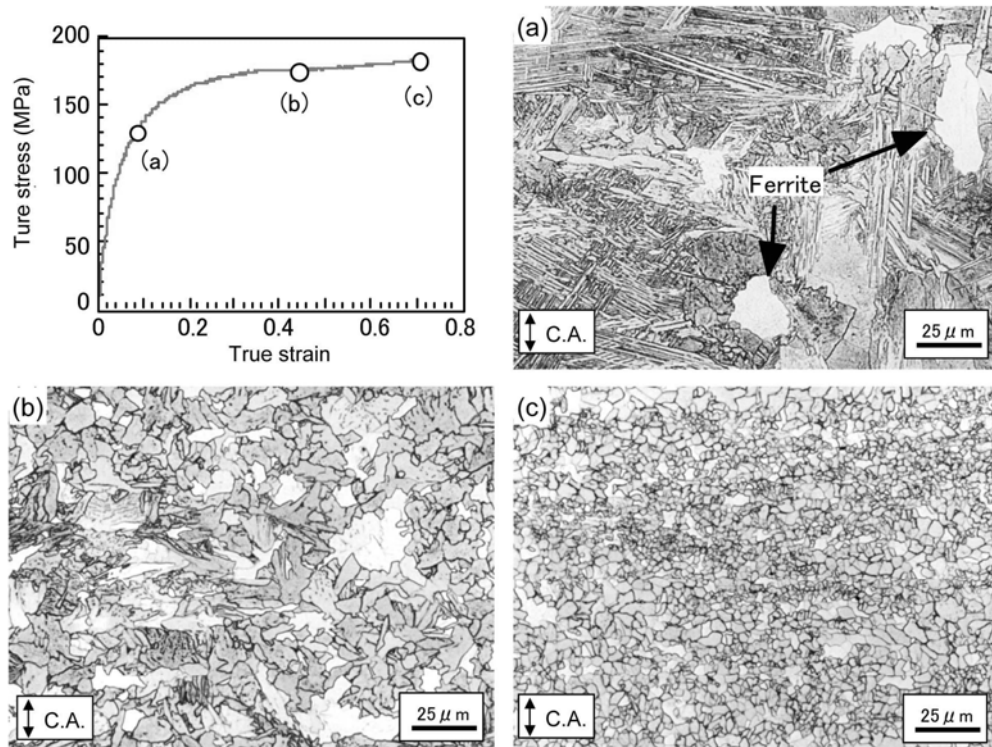


Fig.2.14 Optical micrographs of the 2Cu steel after deformation of (a) 8% ($\epsilon=0.08$), (b) 35% ($\epsilon=0.42$), and (c) 50% ($\epsilon=0.7$) reductions in height at 1043K.

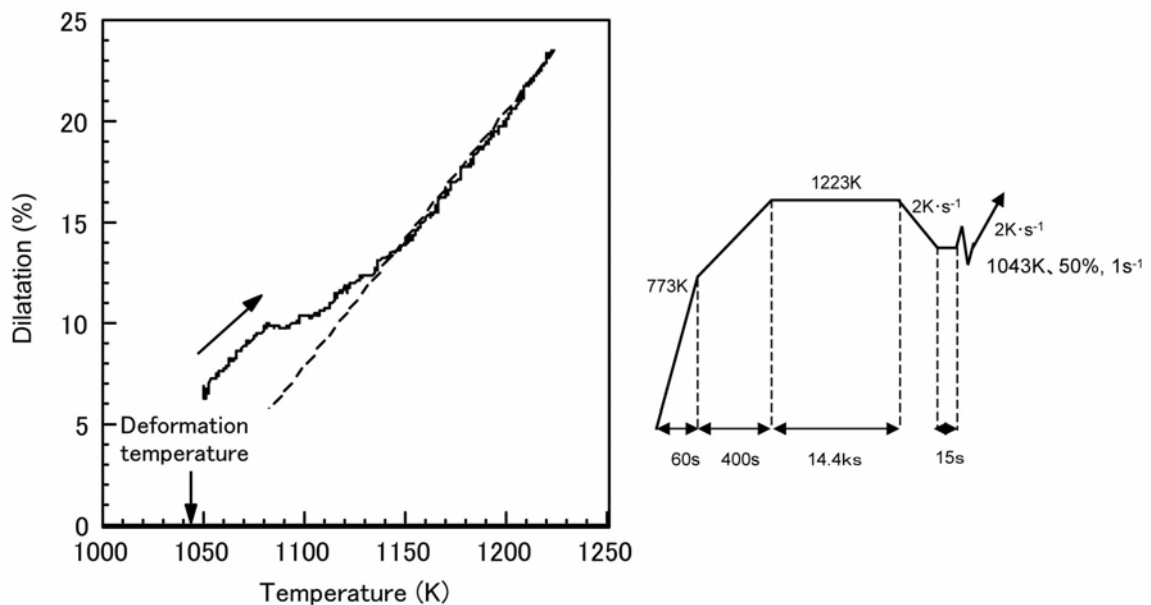


Fig.2.15 Change in specimen length during heating at $2\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$ after deformation of 50% at 1043K in 2Cu steel. Dilatation curve shows a clear contraction caused by the reversion from ferrite to austenite.

加工初期（ひずみ量 0.08）に得られたフェライトについて TEM による詳細な組織観察を行った。結果を Fig. 2.16 に示す。加工初期に得られたフェライトは急冷中に未変態のオーステナイトから変態した周囲のベイナイトと比較して明らかに転位密度が低く、その内部には列状のセメントタイトが析出していた。列状炭化物を有するこのフェライト相は、Davenport[25]や大森ら[26]の報告による相界面析出により生成した炭化物を含む疑似パーライトと非常に類似した組織である。次に加工初期に得られたフェライトとその周囲のベイナイト組織について C と Cu の濃度分布を EPMA ライン分析により調べた結果を Fig. 2.17 に示す。加工初期に生成したフェライトは周囲のベイナイトとほぼ同一の C と Cu 濃度を有している。ここで C については前述のセメントタイトを含めた濃度である。したがって、フェライトは周囲のベイナイトと同様に、少なくとも合金元素（この場合 Cu）の分配をとみなわない変態によって生成したことを示している。これらの観察結果から、本研究における動的 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態として、a) ベイナイト変態、b) マッシュブ変態、c) パラ平衡変態（母相と新相の合金元素濃度が一致する変態）、のいずれかが起ったと考えられる。

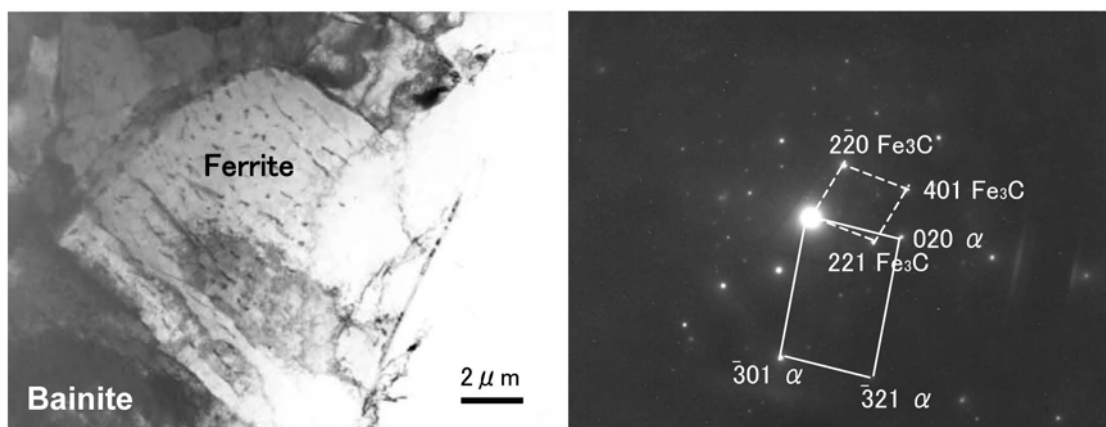


Fig.2.16 TEM bright field image (a) and diffraction pattern (b) confirming the existence of cementite in ferrite formed through deformation induced dynamic transformation.

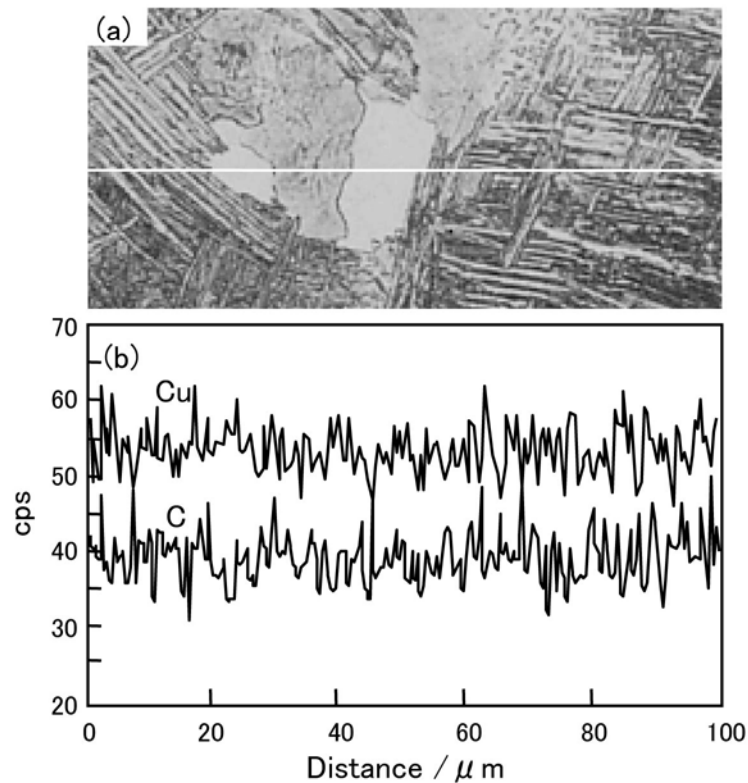


Fig.2.17 Optical micrographs of the 2Cu steel (a), and corresponding carbon and copper distributions (b) measured by EPMA through the region containing ferrite formed through deformation induced dynamic transformation.

低炭素鋼の加工誘起動的 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態に関しては矢田の報告[12]があり、加工誘起による高速のフェライト生成機構としてマッシュ変態の可能性が示唆されている。マッシュ変態は、フェライトとオーステナイトの自由エネルギーが同一となる T_0 温度以下で起る。そこで、 T_0 温度を考察する。本研究においては、オーステナイトの加工中に変態が起っていることを考慮しなければならない。オーステナイトの自由エネルギーは、化学的な自由エネルギーに加えて、加工により蓄積されたひずみエネルギーおよび変態中の加工による負荷応力が化学的エネルギーを補う効果[27]を考慮する必要がある。加工により蓄積されるエネルギーは主に転位の弾性エネルギーである。転位芯のエネルギーは弾性エネルギーの約 10%でありこれを無視すると、転位の蓄積による単位体積あたりの内部エネルギーは次式で与えられる。

$$E = \rho \mu b^2 \quad (2.5)$$

ここで、 ρ : 転位密度、 μ : 剛性率、 b : バーガースベクトル、である。

ひずみ量 0.08 の加工で導入される転位密度を $2 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ とし、回復が起らないとすると転位の蓄積による単位体積あたりの内部エネルギーは $20 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1}$ 程度である。一方、加工による負荷応力が化学的自由エネルギーを補うとして、ひずみ量 0.08 での応力が全て機械的駆動力に置き換わったと仮定し、Patel と Cohen の手法[28]で計算すると $75 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1}$ であった。したがって、 T_0 温度を求める際、オーステナイトの自由エネルギーは、化学的自由エネルギーに $20 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} + 75 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1}$ を加算して計算する必要がある。

一方、フェライトの自由エネルギーに関しても転位密度の高いベイナイトのような組織に変態する場合にはフェライトに蓄積されるエネルギーを考慮する必要がある。このエネルギーを考慮した場合の T_0 温度は Bhadeshia[29]により T_0' として記述され、当然のことながら蓄積エネルギーを考慮しない場合より低温側にシフトする。

以上の考察に基づいて、Thermo-Calc を用いて T_0 および T_0' を計算した。なお、フェライト中の転位の蓄積エネルギーは Bhadeshia[29]にしたがい、ベイナイトで $400 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1}$ 、Widmanstätten ferrite で $50 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1}$ とした。結果は、フェライトに転位の蓄積エネルギーがない場合は $T_0 = 1081\text{K}$ 、ベイナイト変態であれば $T_0' \text{ (B)} = 926\text{K}$ 、Widmanstätten ferrite 変態であれば $T_0' \text{ (W)} = 1047\text{K}$ であった。本研究の加工温度は 1043K であるので、 $T_0' = 926\text{K}$ の結果からベイナイト変態は起こりえない。一方、マッシュ変態に関しては、マッシュフェライト中の転位の蓄積エネルギーが不明であるが、 $0 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1}$ とすれば $T_0 = 1081\text{K}$ から起こり得ることになる。しかしながら、マッシュフェライトの転位密度は少なくとも Widmanstätten ferrite 以上であると考えるのが妥当であり、 T_0' は 1047K 以下にあると考えられる。したがって、 T_0' 温度は加工温度より低温になり、マッシュ変態も起こり得ない。また、セメンタイトも観察されたことからマッシュ変態の可能性は低い。

以上より、 T_0 あるいは T_0' 以上の温度で変態していること、および、セメンタイトが析出していたことから、本研究で観察された変態は、Cu の粒界偏析処理によって得られた（過冷）オーステナイト \rightarrow Cu を固溶したフェライト + Fe_3C というパラ平衡変態が動的に起ったものであると結論付けることができる。

2. 4. 3 Cu 添加鋼の熱間加工時の組織形成機構 フェライトの動的再結晶

フェライト粒の微細化過程が動的 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態のみに依存しているのであれば、加工初期から中期にかけて動的に変態したフェライト粒は、引き続き行われる加工により伸長したフェライト粒として観察されるはずである。しかし、加工終了後の組織には伸長したフェライトは観察されなかった。また、真ひずみ量の増加にともないフェライト粒径が微細化された。したがって微細フェライトの形成機構として、フェライトが加工中に動的再結晶した可能性がある。動的に再結晶したフェライトは、大角粒界に囲まれた等軸粒であり、かつその粒内には多くの転位を含む特徴を持つ[15]。本鋼においても **Fig. 2. 18** に示すように加工により生成したフェライト粒内には多くの転位が観察され動的再結晶粒の特徴を示していた。

フェライト鋼は、高温変形時の復旧過程は動的回復型金属に分類されるため動的再結晶は起らないと考えられてきたが、最近では動的再結晶が起こりうることが報告されている[15, 31, 32]。辻らは、極低炭素 IF 鋼を用い、変形条件を種々変化させ動的再結晶が起る条件が存在することを明らかにした[30]。しかし、辻らの検討結果によると、ひずみ速度 1 s^{-1} の場合、加工温度 1123K

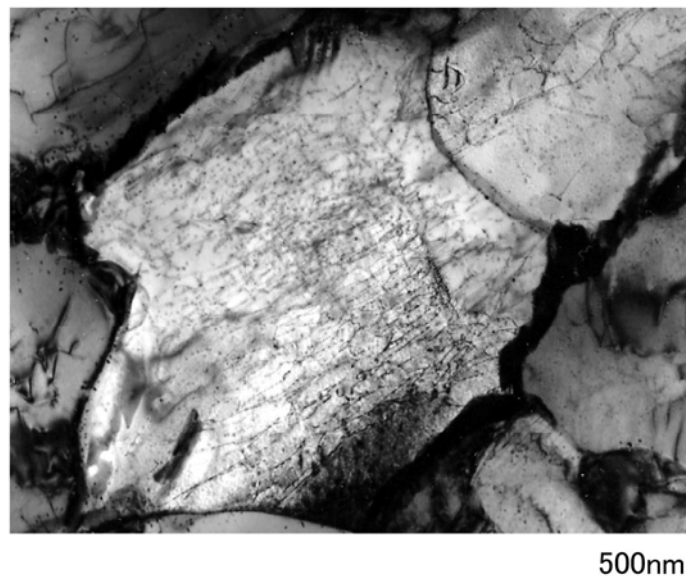


Fig. 2.18 TEM image of the 2Cu steel quenched after the deformation of 50% reduction at 1043K.

以下ではフェライトの動的再結晶は確認されていない。したがって、本研究において 1043K で加工されたフェライトが動的再結晶を起こしたとすれば、加工温度とひずみ速度以外に動的再結晶に影響する因子が存在している。この因子については今後の検討課題であるが、本研究において、過冷オーステナイトの加工時に動的に変態して生成するフェライトには、微細なセメンタイトの析出物が確認された。これら微細なセメンタイトが熱間加工中の回復を抑制し、再結晶の駆動力を保存した可能性があると考えられる。

以上の考察に基づくと、熱間加工中にオーステナイトの加工硬化、動的回復、動的再結晶、動的 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態、フェライトの加工硬化、動的回復、動的再結晶のすべてがほぼ同時に起っていることになり、かつ加工の進行とともにオーステナイトとフェライトの量も変化するという極めて複雑な現象が起っている。**Fig. 2.6** に示した熱間加工時の応力-ひずみ曲線はいわゆる加工硬化+動的回復型の挙動を示しているが、上述の複雑な挙動を反映した結果であり、応力-ひずみ曲線の形態から起った現象を特定することはできない。

2.5 結言

鋼の組織微細化法として Cu をより積極的に利用する目的で、0.1mass%C-0.2mass%Si-0.2mass%Mn-2mass%Cu 鋼を用いて熱間加工時の組織形成挙動に及ぼす Cu の影響を検討し、以下の結果を得た。

(1) 1223K で 28.8ks 保持後、 $2\text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$ で冷却したときの A_{r3} 温度は、1.0ks 保持材と比較して 70K 低下し、このときの過冷度 ΔT は 120K であった。

(2) 1223K で 14.4ks 加熱し、 A_{r3} 温度が低下した場合のオーステナイト粒界への Cu の粒界偏析量は、粒内の約 2 倍であった。

(3) 1223K で 14.4ks 加熱保持し、オーステナイト域である 1023K で加工することで変形抵抗が大幅に低下し、大角粒界で囲まれた平均粒径 $2.1\mu\text{m}$ の微細なフェライト組織が得られた。このことは Cu の粒界偏析現象の利用により、加工温度まで急冷処理することなく $2\text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$ という小さい冷却速度でも大圧下加工により微細フェライトの生成が可能であることを示している。

(4) フェライト組織の観察と T_0 温度の計算から、加工中に動的パラ平衡変態が起こることが

示された。

(5) 動的に変態したフェライトは、引き続く加工により動的再結晶を起こした可能性がある。

参考文献

- [1] 高木節雄：第 141・142 回西山記念講座，日本鉄鋼協会編，東京，(1992)，p. 3.
- [2] N. Tsuji, Y. Ito, R. Ueki, Y. Minamino, Y. Koizumi, and Y. Saito: International Symposium on Ultrafine Grained Steels (2001), p. 256
- [3] M. Aratani, T. Toyooka, M. Nishimori, M. Itadani, Y. Yorifuji, M. Kimura, and Y. Koyama: International Symposium on Ultrafine Grained Steels (2001), p. 270
- [4] 立花俊一，川地俊一，山田邦博，国尾武：日本機械学会論文集 (A 編)，Vo. 54 (1988)，p. 1956
- [5] 田中智夫：日本金属学会会報，Vol. 17 (1978)，p. 104
- [6] Y. Adachi, T. Tomita, and S. Hinatani: *Tetsu-to-Hagane*, Vol. 85 (1999)，p. 620
- [7] T. Hayashi, S. Torizuka, T. Mitsui, K. Tsuzaki, and K. Nagai: CAMP-ISIJ, Vol. 12 (1999)，p. 620
- [8] Y. Fukuda, K. Oh-ishi, Z. Horita, and T. G. Langdon: International Symposium on Ultrafine Grained Steels (2001)，156
- [9] 牧正志：「結晶粒微細化への新アプローチ」，日本金属学会 (2000)，p. 9
- [10] S. Takaki and Y. Tokunaga: Proc. Innovation Stainless Steel, AIM, Florence, 2 (1995)，p. 327
- [11] S. Torizuka, O. Umezawa, K. Tsuzaki, and K. Nagai: CAMP-ISIJ, Vol. 11 (1998)，p. 565
- [12] 矢田浩，瀬沼武秀，松村義一：鉄鋼の結晶粒超微細化，鉄鋼基礎共同研究会 鉄鋼の結晶粒超微細化部会編，日本鉄鋼協会，東京 (1991)，p. 9
- [13] M. Fujioka, Y. Abe, and Y. Hagiwara: Proc. of 1st Symp. on Super Metal, R&D Inst. Met. Composites for future Industries (RIMCOF) and Jpn. Res. Development Center for Met. (JRCM)，Tokyo (1998)，p. 205
- [14] N. Matsukura and S. Nanba: Proc. of 1st Symp. on Super Metal, R&D Inst. Met. Composites

- for future Industries (RIMCOF) and Jpn. Res. Development Center for Met. (JRCM), Tokyo (1998), p. 229
- [15] N. Tsuji, Y. Matsubara, Y. Saito, and T. Maki: J. Jpn. Inst. Met., Vol. 62 (1998), p. 967
- [16] T. Hayashi, O. Umezawa, S. Torizuka, K. Tsuzaki, and K. Nagai: CAMP-ISIJ, Vol. 11 (1998), p. 566
- [17] 星野俊幸: 九州大学工学部学位論文 (2000)
- [18] 西澤泰二: 材質の制御と予測, 日本鉄鋼協会熱延プロセス冶金研究委員会編, 日本鉄鋼協会, 東京 (1988), p. 73
- [19] 例えば, 牧正志: 第 161・162 回西山記念講座, 日本鉄鋼協会 (1996), p. 7
- [20] 梅本実: 「熱間加工のシミュレーションとオーステナイト変態」, 日本鉄鋼協会熱プロセス冶金研究会
- [21] 平野賢一: 「固体熱力学」, 日本金属学会編 (1978), p. 77
- [22] 平野賢一: 「固体熱力学」, 日本金属学会編 (1978), p. 74
- [23] 例えば, 「鉄鋼便覧 I (第 3 版)」, 日本鉄鋼協会編, 丸善 (1981), p. 397
- [24] 浜鍋修一: 板圧延の理論と実際, 日本鉄鋼協会編, 東京 (1984), p. 161
- [25] A. T. Davenport and P. C. Backer: Met. Trans., Vol. 2 (1971), p. 2962
- [26] Y. Ohmori, A. T. Davenport, and R. W. K. Honeycombe: Trans. Iron Steel. Inst. Jpn., Vol. 12 (1972), p. 128
- [27] H. K. D. H. Bhadeshia: Bainite in Steel (Second Edition), The Institute of Materials (2001)
- [28] J. R. Patel and M. Cohen: Acta Metallurgica, Vol. 1 (1953), p. 531
- [29] H. K. D. H. Bhadeshia: Acta Metallurgica, Vol. 29 (1981), p. 1117
- [30] H. Yagi, N. Tsuji, Y. Saito: Tetsu-to-Hagane, Vol. 86 (2000), p. 349
- [31] N. Tsuji, G. Krauss, and Y. Saito: CAMP-ISIJ, Vol. 14 (2001), p. 1161

第3章 温間大ひずみ加工による中炭素鋼の結晶粒微細化

3.1 緒言

自動車や建築・産業機械に用いられる機械構造部品は、棒鋼を熱間鍛造や温間鍛造などの鍛造加工により粗成形し、部品として必要な強度を付与するために最適な熱処理（調質処理）が施された後、切削加工によって所定の部品形状に仕上げられている[1]。近年、自動車などの軽量化・燃費改善のために鍛造部品に更なる高強度化が求められている。一方、鋼の高強度化にともない被削性が低下し、切削加工コストが増大するため、工業的観点からは高強度化と被削性とのバランスを考慮する必要がある。機械構造部品は降伏強度で設計され[2]、また、被削性は引張強度に依存することが知られている[3]。したがって、被削性の低下を最小限にとどめて高強度化する最も効率的な強化方法は、降伏強度と引張強度の比である降伏比（＝降伏強度/引張強度）を高くすることである。鋼の強化方法として、固溶強化、転位強化、析出・分散強化および結晶粒微細化強化[4]が知られている。中でも結晶粒微細化強化は高い降伏比が得られ、靱性も高いことから重要保安部品に用いられる熱間鍛造部品の強化方法としては好適である。現在、熱間鍛造部品に用いられている非調質鋼は、引張強さ 800MPa 級の V 添加型フェライト・パーライト鋼であり、その降伏強度レベルは 500MPa 程度である[5]。高強度化の観点からは少なくとも 20%以上、すなわち降伏強度 600MPa を超える強化が必要であり、これを結晶粒径に換算すると $1\mu\text{m}$ 以下の微細粒組織[6]に相当する（第 1 章、Fig. 1.19）。

鍛造などを想定した大ひずみ加工による結晶粒微細化に関する研究はこれまで低炭素鋼を中心に行われ[6-9]、鍛造部品で最も多く用いられる中炭素鋼に関する検討はほとんど行われていない。大森[6, 7]や Murty[8]らは低炭素鋼フェライト・パーライト鋼の温間大ひずみ加工により粒径 $1\mu\text{m}$ 以下の微細フェライト粒が生成可能であることを示した。しかし、粒径 $1\mu\text{m}$ 以下の大角粒界で囲まれた均一な微細フェライトを得るためには、少なくとも 2.4 以上の大ひずみの導入が必要であり、実鍛造での実現は到底困難なものであった。辻ら[9]は、低炭素マルテンサイトを出発組織として温間加工することにより、ひずみ量 0.8 程度の加工でも大角粒界で囲まれた微細粒が形成できることを示した。得られたフェライト粒の結晶粒径は $3\sim 5\mu\text{m}$ であるが、初期組織や鋼の組成、加工プロセスの最適化によって実鍛造プロセスで実現可能な鍛造条件で粒径

1 μ m 以下の超微細粒が得られる可能性を示唆している。このように、加工前の出発組織や加工条件によって加工後の組織が大きく異なるため、微細粒組織造り込み条件を系統的に検討する必要がある。

そこで、本章では、非調質鋼の高強度化の観点から中炭素鋼の温間鍛造による粒径 1 μ m 以下の微細フェライト粒の造り込み技術を確立するために、加工前組織、加工温度、ひずみ速度、鋼の C 量に着目した検討を行った。

3. 2 実験方法

3. 2. 1 供試鋼

供試鋼の化学組成を **Table 3. 1** に示す。供試鋼は熱間鍛造部品に一般的に用いられている JIS G4051 機械構造用炭素鋼 S30C、S45C および S58C をベース組成として、焼入れ性を向上させる目的で Mn 量を通常の 0. 8mass% から 1. 5mass% に高めた鋼である。いずれも 100kg 真空溶製鋼であり、溶解後のインゴットを 1473K で 3. 6ks 加熱した後、熱間鍛造により直径 40mm の丸棒に加工し、その後 1523K で 36ks 保持する均質化処理を行った。熱間加工組織に及ぼす加工前組織の影響を検討するために、種々の熱処理によりフェライト・パーライト組織（以後、F+P 組織）、球状化焼鈍組織（以後、SA(Spheroidized annealing) 組織）、上部ベイナイト組織（以後、UB(upper bainite) 組織）およびマルテンサイト組織（以後、M 組織）の供試鋼を作製した。4 種類の異なる組織を得るために実施した熱処理パターンを **Fig. 3. 1** に示す。F+P 組織および SA 組織は、それぞれ丸棒をノルマライジング処理 (**Fig. 3. 1(a)**) および球状化焼鈍処理 (**Fig. 3. 1(b)**) したのち、直径 8mm、長さ 12mm の圧縮試験片に加工し試験に供した。SA 処理では、供試鋼の組織をノルマライジング後焼入れて、一旦マルテンサイト組織した後に SA 処理することで、炭化物の

Table 3.1 Chemical compositions of the steels examined.

Steel	(mass%)							
	C	Si	Mn	P	S	Al	Cr	Ms
0.30C	0.30	0.26	1.53	0.011	0.010	0.029	0.21	623K
0.45C	0.44	0.26	1.50	0.013	0.012	0.029	0.20	573K
0.60C	0.59	0.26	1.53	0.013	0.011	0.030	0.21	513K

分散状態を均一にした。UB 組織および M 組織は、それぞれノルマライジング処理した丸棒から直径 8mm、長さ 12mm の圧縮試験片を加工した後、恒温変態処理 (Fig. 3.1(c)) および焼入れ処理 (Fig. 3.1(d)) により作製し、圧縮試験に供した。

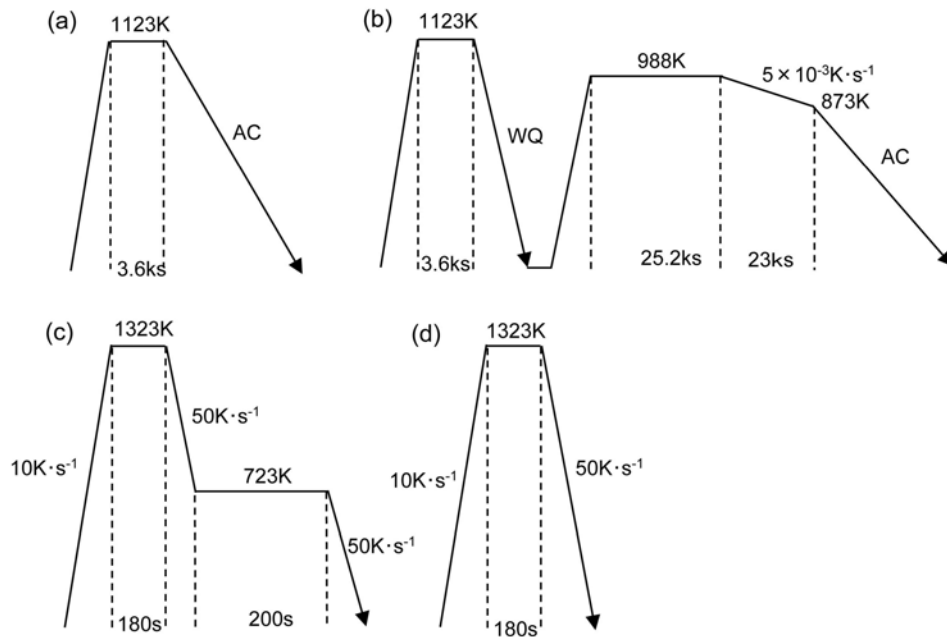


Fig. 3.1 Schematic illustrations of the heat treatments for (a) normalizing for making the F+P structure, (b) spheroidizing annealing for the SA structure, (c) isothermal treatment for the UB structure, and (d) quenching for the M structure.

3. 2. 2 圧縮試験方法

4 種類の異なる組織の円柱状試験片を用いて、熱間加工再現試験装置 (Thermecmasto-Z, 富士電波工機 (株) 製) により 1×10^{-2} Torr の雰囲気中で熱間圧縮加工を行った。熱加工パターンを Fig. 3.2 に示す。供試鋼を加工温度まで高周波誘導加熱し、試験片全体が均一温度になるように 60s 間保持した後、圧下率 60% の 1 パス加工を行い水冷した。加工温度は、供試鋼の A_{C1} 点以下である 873、923K、973K、および 2 相域に相当する 1023K の 4 条件とした。加工速度は、一般的な熱間鍛造の加工速度に相当するひずみ速度 10 s^{-1} を最大として $1 \times 10^{-3} \sim 10 \text{ s}^{-1}$ の範囲で実施した。

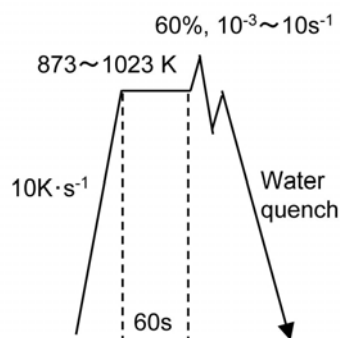


Fig. 3.2 Schematic illustrations of the thermo-mechanical treatment for producing ultra fine-grained structure.

3. 2. 3 組織観察および定量化方法

圧縮加工後の試験片を圧縮軸に平行な面で切断した後、導電性樹脂に埋め込み、エメリー紙、ダイヤモンドペーストで研磨した。アルミナで鏡面仕上げ研磨を行った後、3%ナイトール液で腐食し、試験片中央部の金属組織を光学顕微鏡および走査型電子顕微鏡（SEM：日立製 S-4300 特 SE、加速電圧 15kV）により観察した。また、圧縮試験片の圧縮軸に平行な面から切り出した直径 3mm の円板を氷冷却した 10%過塩素酸+90%酢酸溶液中でツイングジェット研磨により薄膜とし、試験片中央部の組織を透過型電子顕微鏡（TEM：日立製 H-800）を用いて観察した。加工後の組織の結晶学的情報を得るために、SEM内でのEBSD(Electron Back Scattering Diffraction)法による局所的方位マッピングを行った。光学顕微鏡による観察面と同一面をアルミナバフで鏡面に仕上げ、ひずみを取り除くため、さらに湿式バフ研磨を施し、測定に用いた。測定領域において、 $0.03\mu\text{m}$ ステップで菊池線を測定し、その後、TSL 社製の解析ソフトウェアを用いて結晶粒の組織描写を行うとともに、隣接する結晶粒界の方位差を測定した。加工前組織のフェライト粒径は、粒界マップで描写された結晶粒界のうち隣接する結晶粒との方位差が 15 度以上である大角粒界で囲まれたフェライト粒について円相当径を求めた。また、圧縮加工で生成した微細フェライト粒径は、SEM 観察組織を用いて切断法によって求めた結晶粒径 d を 1.13 倍した値を公称結晶粒径 d_n [10]として導出した。

3. 3 実験結果

3. 3. 1 熱間加工組織に及ぼす初期組織の影響

微細フェライト粒を得るために最適な初期組織を明らかにするために、種々の初期組織を有する 0.45C 鋼の熱間加工試験を行った。供試鋼の加工前組織を光学顕微鏡および SEM で観察した結果を Fig. 3.3 に示す。供試鋼は、F+P 組織 (Fig. 3.3(a), (e), (i))、SA 組織 (Fig. 3.3(b), (f), (j))、UB 組織 (Fig. 3.3(c), (g), (k)) および M 組織 (Fig. 3.3(d), (h), (l)) の 4 種類の組織を有する。F+P 組織は、旧オーステナイト粒界に生成した初析フェライトと旧オーステナイト粒内に生成したパーライトから構成される典型的な中炭素鋼のフェライト・パーライト組織[11]である。SA 組織は、炭化物の均一分散を目的として供試鋼の組織を一旦マルテンサイトとしてから SA 処理を実施したため、一般的な SA 組織[11]で見られる等軸フェライトとは異なり、アスペクト比の高いフェライトと球状化セメンタイトから成る組織である。UB 組織はラス状組織を呈しており、ラス間に微細な炭化物が析出した典型的な上部ベイナイト組織である。M 組織は、UB 組織と同様にラス状の微細な組織であり、焼入れままであるため炭化物は析出していない。

これら加工前組織について、フェライトの粒界性状を明らかにするために結晶粒間方位差を EBSD により測定し、隣接するフェライト粒との方位差を Boundary map として描写した。EBSD 測定により得られた Image quality (IQ) 像と Boundary map を Fig. 3.4 に示す。Boundary map では、隣接する粒の方位差が 1.5 度以上、15 度未満のものを小角粒界 (図中の青線)、15 度以上のものを大角粒界 (図中の赤線) としてそれぞれ異なる色で表示した。また、粒界方位差をヒストグラムで整理した結果を Fig. 3.5 に示す。F+P 組織 (Fig. 3.4(a), (e)) は、Fig. 3.3 で示したように初析フェライトとパーライトから構成されている。パーライトブロック内のラメラ状フェライトは結晶方位がほぼ同一であり[12]、また、供試鋼のパーライト平均ラメラ間隔は $0.18\mu\text{m}$ と非常に微細であるため、EBSD 測定においてセメンタイトは認識されず、粒界マップに示されているフェライト粒界は、初析フェライトの粒界とパーライトブロック境界を表している。F+P 組織の大角粒界に囲まれた平均結晶粒径 (以後、有効結晶粒径) は、 $6.5\mu\text{m}$ であった。SA 組織 (Fig. 3.4(b), (f)) では、ほとんどすべてのフェライトが大角粒界で囲まれており、有効結晶粒径は $1.9\mu\text{m}$ であった。M 組織 (Fig. 3.4(d), (h)) は、同一方位のラスが集まったブロック粒

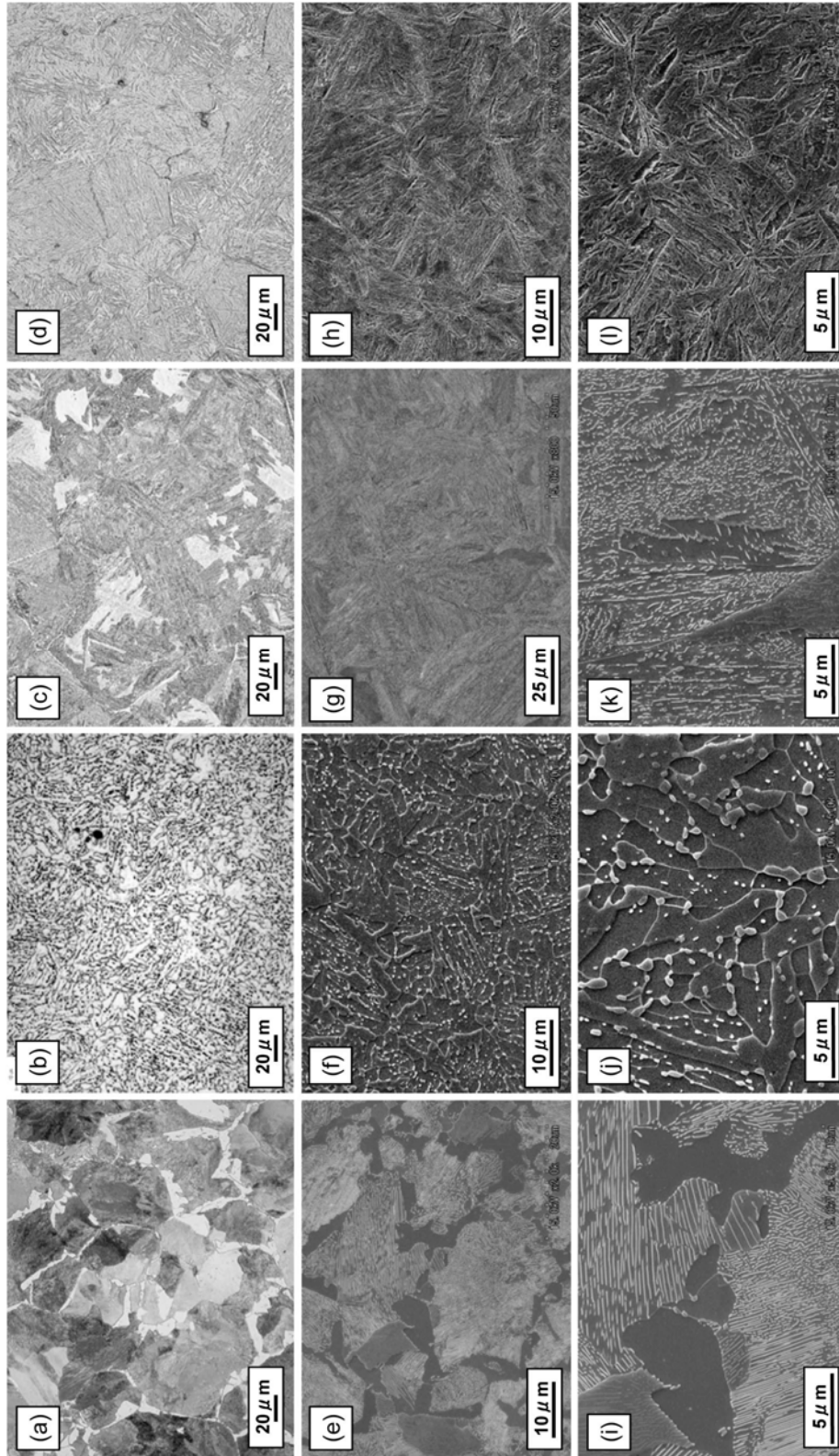


Fig. 3.3 Optical micrographs ((a)-(d)) and SEM micrographs ((e)-(l)) of the 0.45C steel with various microstructures before deformation. (a), (e), (i) ferrite-pearlite, (b), (f), (j) spheroidized structure, (c), (g), (k) upper bainite, and (d), (h), (l) martensite.

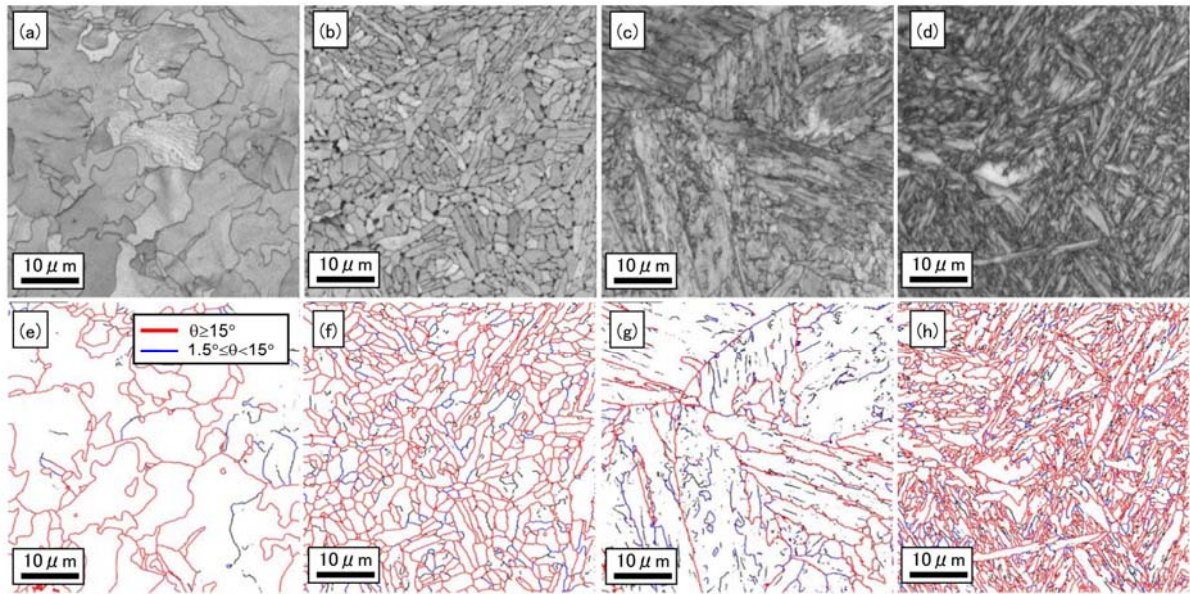


Fig. 3.4 Image quality (IQ) map ((a)-(d)) and boundary map ((e)-(h)) obtained from EBSD analysis for the 0.45C steel before deformation. (a), (e) ferrite-pearlite, (b), (f) spheroidized structure, (c), (g) upper bainite, and (d), (h) lath martensite. Red and blue lines represent high angle boundary and low angle boundary, respectively.

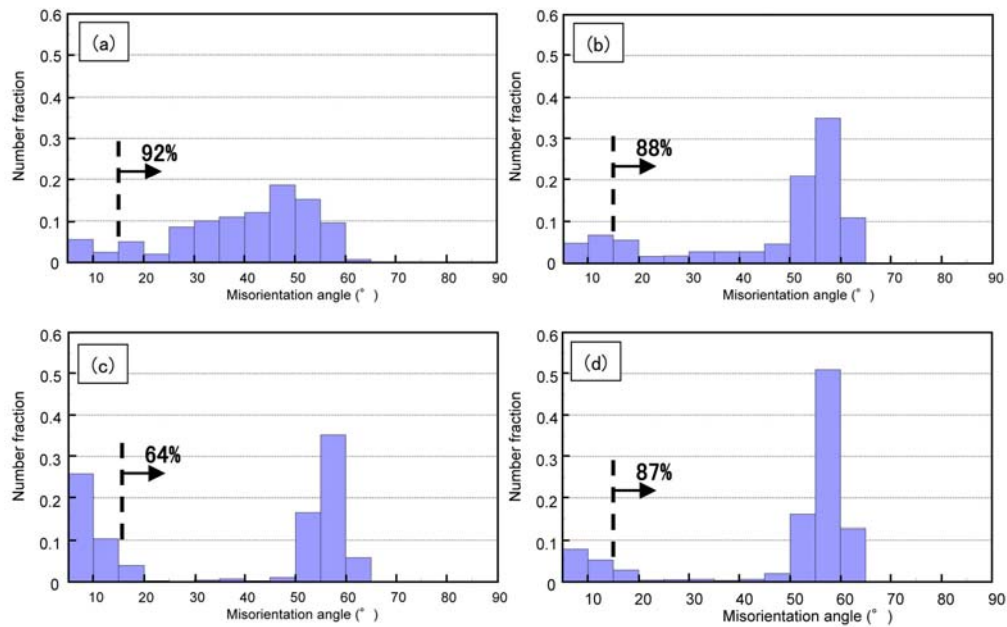


Fig. 3.5 Distribution of grain boundary misorientation for the 0.45C steel with various starting microstructures. (a) ferrite-pearlite, (b) spheroidized structure, (c) upper bainite, and (d) lath martensite.

界が結晶粒界として示されており、有効結晶粒径は $0.9\ \mu\text{m}$ であった。一方、UB 組織 (Fig. 3.4(c), (g)) は、SEM 組織や IQ 像では M 組織に次いで微細に見えるものの、小角粒界で囲まれたフェライトを主体とした組織であり、有効結晶粒径は $11.7\ \mu\text{m}$ で 4 種類の初期組織の中でもっとも粗大であった。各組織の大角粒界の比率 (f_{HAGB}) は、F+P 組織 (92%)、SA 組織 (88%)、UB 組織 (64%)、M 組織 (87%) であった。

これら 4 種類の初期組織を有する試験片を 923K に加熱し 60s 間保持した後、圧縮率 60%、歪速度 10s^{-1} の圧縮加工を行った。圧縮加工時の真応力-真ひずみ曲線 (以後、S-S カーブ) を Fig. 3.6 に示す。いずれの供試鋼も加工の初期段階で加工硬化により応力が大きく上昇し、最大値に到達した後、歪みの増加とともに応力が低下する挙動を示した。最大応力が最も高かったのは M 組織であり、次いで UB 組織、F+P 組織の順に低下し、SA 組織が最も低かった。最大応力を示した後に応力が低下する挙動は加工中に動的再結晶が発現する場合に報告されている [13]。ただし、M 組織や UB 組織のように転位密度の高い組織では、加工の影響と同時に回復による軟化の影響も S-S カーブ形状に反映されているため、応力低下が動的再結晶の発現を直接的に示すものではなく、S-S カーブの形状のみから動的再結晶の発現を結論づけることはできない [14]。

圧縮加工後の供試鋼の SEM 観察組織および EBSD 測定によって得られた IQ 像、Boundary map

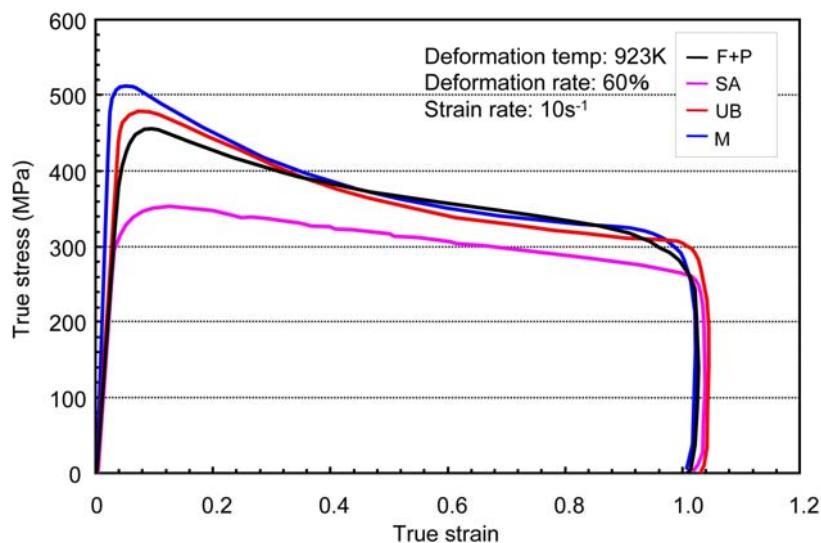


Fig. 3.6 True stress-strain curves of the 0.45C steel with various starting microstructures in the compression of 60% reduction at a strain rate of 10s^{-1} at 923K. F+P: ferrite-pearlite, SA: spheroidized structure, UB: upper bainite and M: martensite.

および結晶方位差をヒストグラムで表した結果をそれぞれ Fig. 3. 7、Fig. 3. 8 および Fig. 3. 9 に示す。Fig. 3. 7 と Fig. 3. 8 から明らかなように、加工後の組織は初期組織により大きく異なっていた。すなわち、F+P 組織の加工材は、パーライトが圧縮軸に垂直な方向（紙面の水平方向）に伸長し、その周囲に微細フェライトが観察された。これら微細フェライトはもともと加工前組織に観察された初析フェライトが存在していた部位に観察され、初析フェライトよりも微細化し、その多くが大角粒界で囲まれていることから、初析フェライトが再結晶により微細化したものと考えられる。加工後の SA 組織材は、等軸フェライトを主体とする組織が得られたが、大角粒界の割合は 88%から 62%と加工前組織よりも大きく減少した。Fig. 3. 3 で示したように加工前の SA 組織のフェライト粒はアスペクト比が高かったが、加工後に観察されたフェライトは等軸粒であり、かつ初期フェライト粒よりも微細であったため、これらの粒は加工中に新たに生成したフェライト粒であると考えられる。加工 UB 材には、加工 F+P 材や加工 SA 材で見られたような大

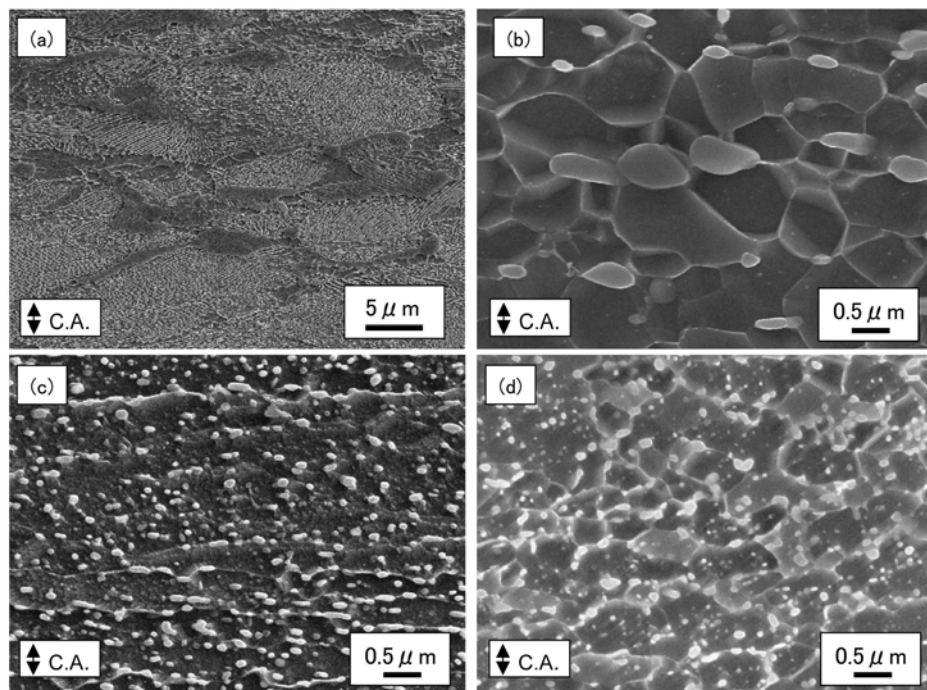


Fig. 3.7 SEM micrographs of the deformed 0.45C steels with various starting microstructures. (a) 60% deformed ferrite-pearlite, (b) deformed spheroidized structure, (c) deformed upper bainite, and (d) deformed lath martensite.

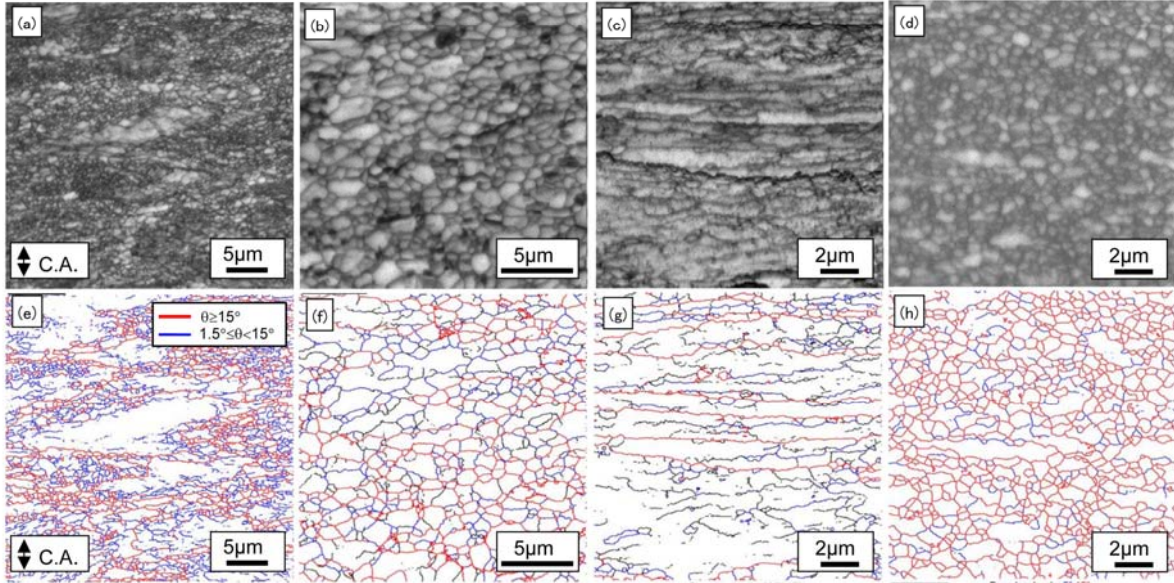


Fig. 3.8 Image quality map ((a)-(d)) and boundary map ((e)-(h)) obtained from EBSD analysis for the 0.45C steels after deformation. (a), (e) 60% deformed ferrite-pearlite, (b), (f) deformed spheroidized structure, (c), (g) deformed upper bainite, and (d), (h) deformed lath martensite. Red and blue lines represent high angle boundary and low angle boundary, respectively.

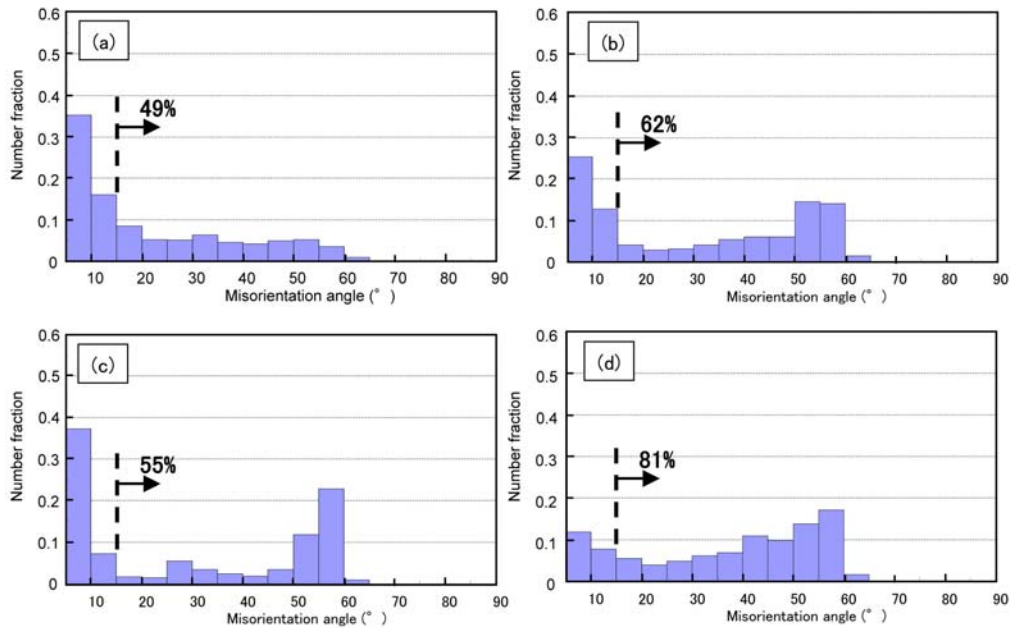


Fig. 3.9 Distribution of grain boundary misorientation for the 60% deformed 0.45C steel. (a) the deformed ferrite-pearlite, (b) the deformed spheroidized structure, (c) deformed upper bainite, and (d) deformed lath martensite.

角粒界で囲まれた等軸微細フェライト粒は観察されず、内部にサブグレインを有する伸長したフェライト粒を主体とする組織であった。加工 M 材は、微細な等軸フェライトを主体とする組織で、大角粒界の割合が最も高かった。4 種類の初期組織の中で最も微細なフェライト粒が得られた加工 M 組織の平均フェライト粒径は $0.7\ \mu\text{m}$ であった。

M 組織加工材の TEM 観察組織を **Fig. 3.10** に示す。加工後組織は、微細フェライトとセメンタイトで構成されており、微細フェライト内に転位や、不明瞭な粒界が多数観察された。動的再結晶の発現を証明するためには、変形後の急冷により変形組織を凍結した上で、①新粒が小角粒界で囲まれたサブグレインではなく、大角粒界で囲まれていること、②新粒内に転位下部組織が存在すること、の両方を示すことが必要であり[15]、マルテンサイトの加工により得られた微細フェライト粒は①と②のいずれの条件も満足していることから、加工中の動的再結晶により得られたものと結論付けられる。したがって、**Fig. 3.6** に示した応力ひずみ曲線にける変形応力の低下には、動的再結晶の発現による軟化の要素も含まれる。

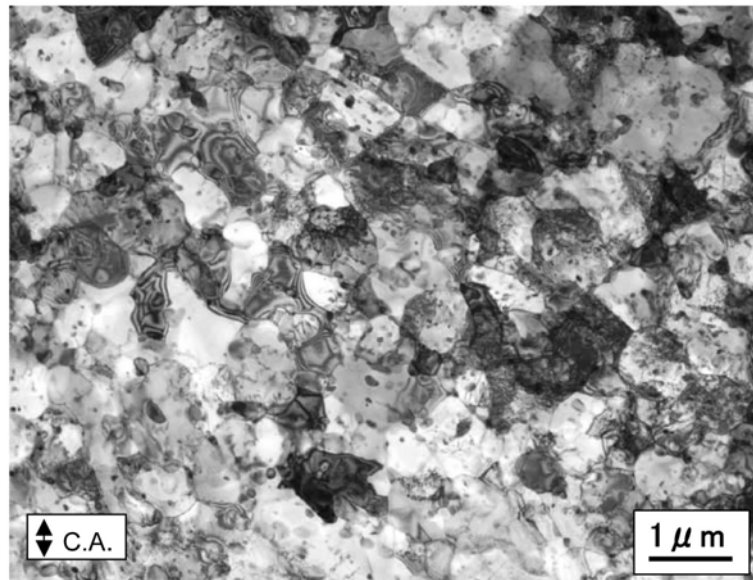


Fig. 3.10 TEM micrograph of the 0.45C martensitic steel after the deformation of 60% reduction at 923K and a strain rate of 10s^{-1} .

3. 3. 2 熱間加工組織に及ぼす加工温度の影響

4種類の初期組織の中で最も微細なフェライト粒が得られた 0.45C 鋼の M 組織材を用いて、微細粒を得るために最適な加工温度を明確にするために 873~1023K の温度範囲で温間加工を行った。供試鋼の A_{C1} 点と A_{C3} 点はそれぞれ 993K、1058K であるため、873~973K の加工はフェライト域（以後、 α 域）加工であり、1023K 加工はフェライトとオーステナイトの 2 相が混合する温度域（以後、 $(\alpha + \gamma)$ 域）の加工である。加工時の S-S カーブを Fig. 3.11 に示す。 α 域加工材の S-S カーブの形状はいずれも最大応力を示した後にひずみの増加にともない応力が低下する動的再結晶型[13]に類似した形状を示し、その応力レベルは加工温度の低下にともない増加する傾向が見られた。一方、 $(\alpha + \gamma)$ 域加工材の S-S カーブは、初期の加工硬化後、ひずみ 0.3 近傍で最大応力を示した後、なだらかに応力低下する形状であった。

熱間加工した供試鋼の SEM 観察組織を Fig. 3.12 に示す。 α 域加工材には微細なフェライト組織と球状セメンタイトの混合組織が観察されたが、 $(\alpha + \gamma)$ 域加工材では、フェライトとマルテンサイトの混合組織が観察された。マルテンサイトはオーステナイトの急冷処理によって形成された組織であり、 $(\alpha + \gamma)$ 域加工では微細なフェライト組織は得られないと結論付けることができる。 α 域加工によって得られたフェライト粒に着目すると、最も低い温度で加工した 873K

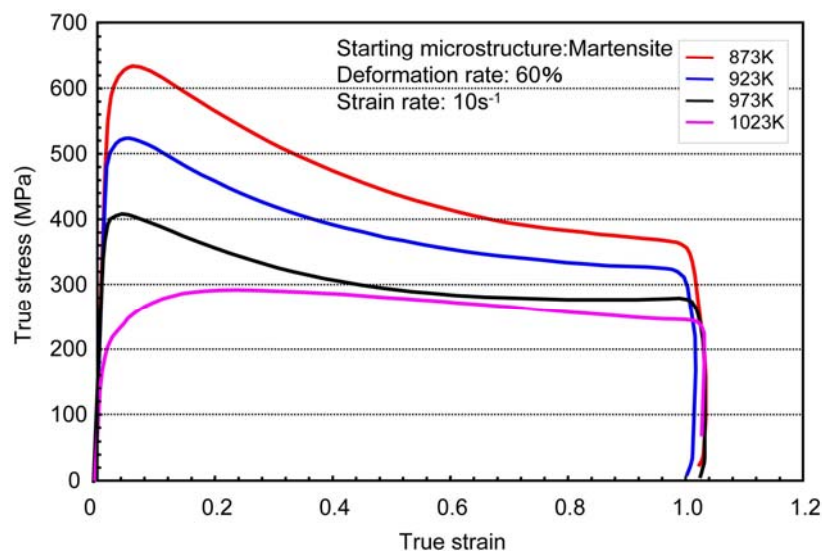


Fig. 3.11 True stress-strain curves of the 0.45C martensitic steel in the compression of 60% reduction at a strain rate of $10s^{-1}$ at various deformation temperatures.

加工材では、圧縮軸に垂直な方向に伸長したフェライト粒を主体として、伸長したフェライト中に亜粒界が多数観察された。一方、 α 域の最も高い温度で加工した 973K 加工材では、923K 加工材に比べて、フェライト粒径は粗大であった。これら加工後組織の差をより明確にするために EBSD によりフェライト粒間の方位差を測定した。IQ 像と Boundary map をそれぞれ Fig. 3.13 に示す。873K 加工材では、SEM 組織の観察結果で示したようにとフェライト粒が圧縮加工軸と垂直な方向に伸長している様子がより明瞭に確認できた。また、973K 加工材では多くのフェライト粒が粗大化している様子が観察された。一方、923K 加工材では、一部で伸長したフェライト粒が観察されるものの、微細な等軸フェライト粒を主体とするほぼ均一な微細フェライト組織が得られた。大角粒界の割合は、加工温度の低い側から、76%、81%、83%であった。

以上の結果から、マルテンサイト組織を初期組織として熱間加工する場合、 A_{c1} 点以下の温度での加工が必要であり、また中間的な温度である 923K 加工でもっとも微細な等軸粒が得られることが明らかとなった。その理由については 3.4.2 節で考察する。

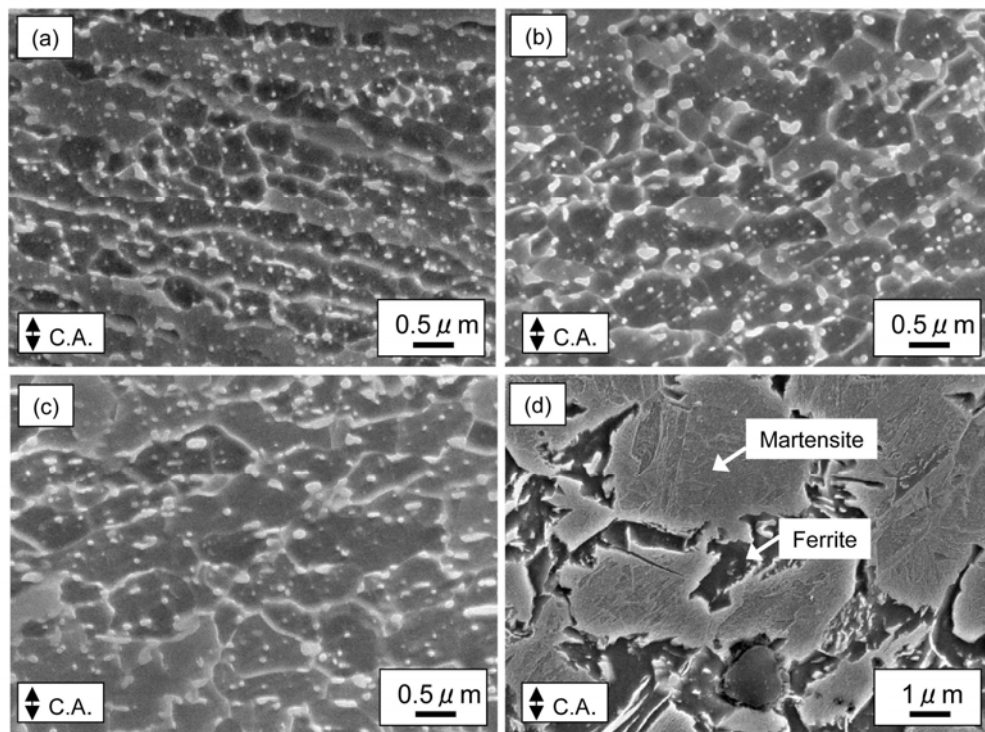


Fig. 3.12 SEM micrographs for the 0.45C martensitic steels after deformation by a reduction of 60% in height at (a) 873K, (b) 923K, (c) 973K, and (d) 1023K.

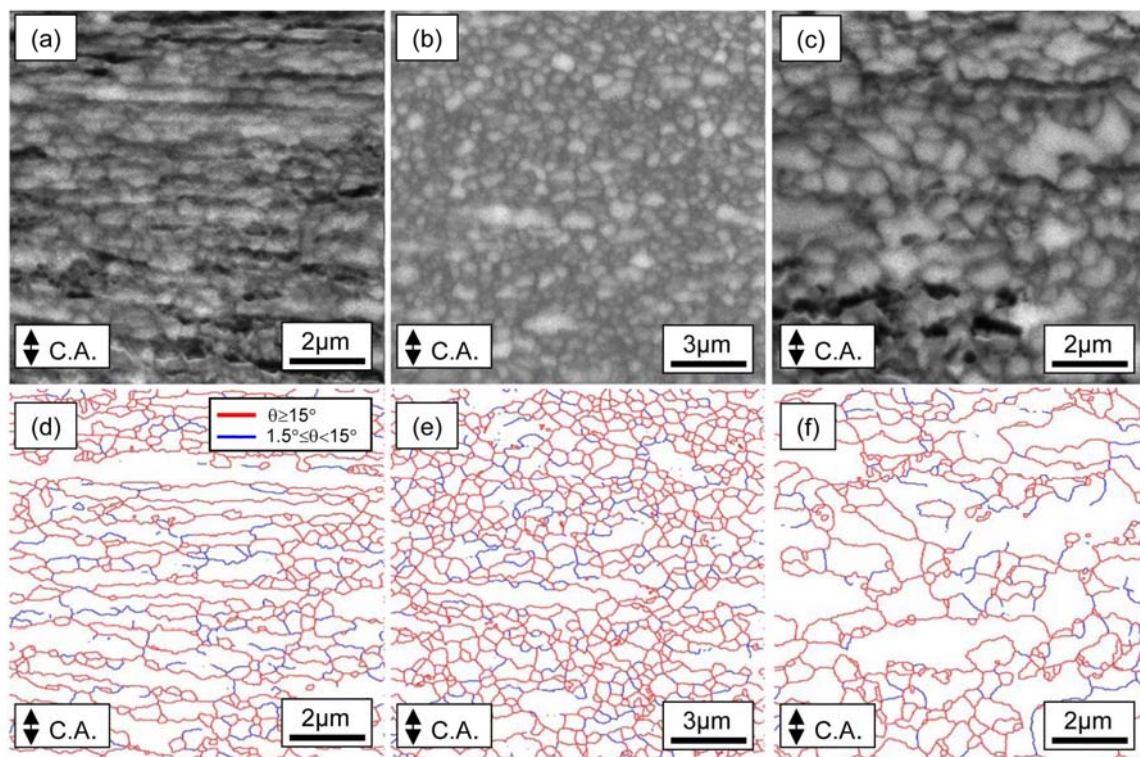


Fig. 3.13 Image quality map ((a)-(c)) and boundary map ((d)-(f)) obtained from EBSD analysis for the 0.45C martensitic steel after deformation by a reduction of 60% at (a), (d) 873K, (b), (e) 923K, and (c), (f) 973K. Red and blue lines represent high angle boundary and low angle boundary, respectively.

3. 3. 3 熱間加工組織に及ぼすひずみ速度の影響

加工後のフェライト粒径に及ぼすひずみ速度の影響について検討するために、0.45C 鋼の初期組織マルテンサイト材を用いて、ひずみ速度 10^{-3} 、 10^{-1} および 10s^{-1} の 3 条件で加工温度 923K、圧縮率 60% の圧縮加工を行った。圧縮加工時の S-S カーブを **Fig. 3. 14** に示す。ひずみ速度 10s^{-1} の S-S カーブの形状は、3. 3. 1 節で示したように動的再結晶型[13]に類似する形状であった。ひずみ速度の低下にともない最大応力は大きく低下し、最大応力から定常応力までの応力低下が小さくなる傾向が見られた。加工後期の定常応力レベルに着目すると、ひずみ速度 10s^{-1} と 10^{-1}s^{-1} の場合にはほぼ同等の応力レベルとなったが、ひずみ速度 10^{-3}s^{-1} の場合には、他の条件のおよそ 1/3 であった。これら定常応力レベルは、後の組織観察結果で示すように、得られるフェライト粒径に対応していると考えられる。加工後に得られた微細フェライト組織について、EBSD によりフェライト粒の結晶方位差解析を行った結果を **Fig. 3. 15** に示す。いずれの供試鋼において

も大角粒界で囲まれた微細な等軸フェライト粒を主体とした組織が得られているが、ひずみ速度 10s^{-1} と 10^{-1}s^{-1} の場合に比べて 10^{-3}s^{-1} で加工した場合には、平均粒径は $1.3\mu\text{m}$ とやや粗大であった。

それぞれのひずみ速度で加工中の組織変化を観察する目的で、ひずみ量が 0.05、0.25 および 0.75 の熱間加工後に組織凍結し、TEM で組織観察を行った。TEM 観察組織を Fig. 3.16 に示す。また、Fig. 3.16 には、加工直前のサンプル組織、すなわち焼入れままマルテンサイトを 873K に加熱し、60s 間保持した後、水冷して組織凍結したサンプルの TEM 観察組織も示した。加工直前のマルテンサイトに着目すると、加工温度に加熱保持されている間にすでにセメンタイトは析出している。すなわち、マルテンサイトの加工材中に分散していたセメンタイトは、加熱保持している間に析出したものである。ひずみ速度の異なる加工中の組織変化は、いずれのひずみ速度で加工した場合でも、ラス状組織が加工の進行により等軸フェライトに変化していく傾向が認められ、加工中の動的再結晶によって微細フェライト組織が形成されていることを示す結果であった。等軸フェライト粒が観察され始めるひずみ量は、ひずみ速度が大きい加工ほど高ひずみとなり、得られたフェライト粒径は小さくなった。

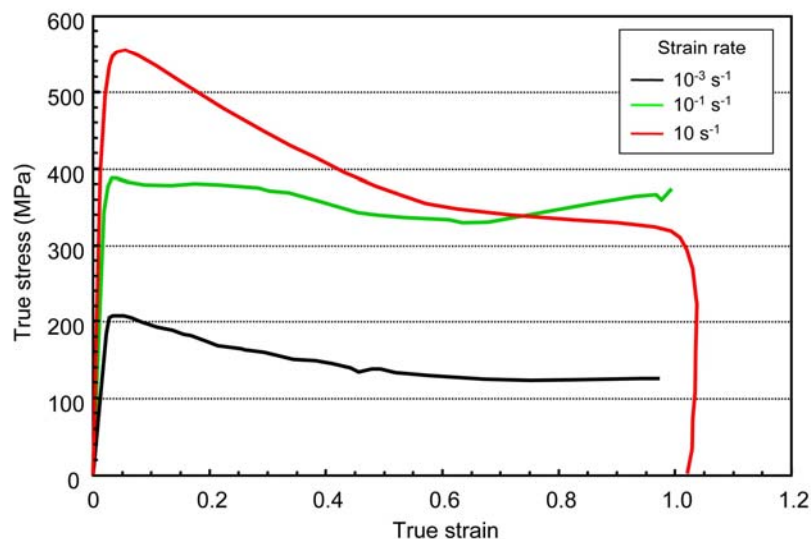


Fig. 3.14 True stress-strain curves of the 0.45C martensitic steel in the compression of 60% reduction at various strain rates at 923K.

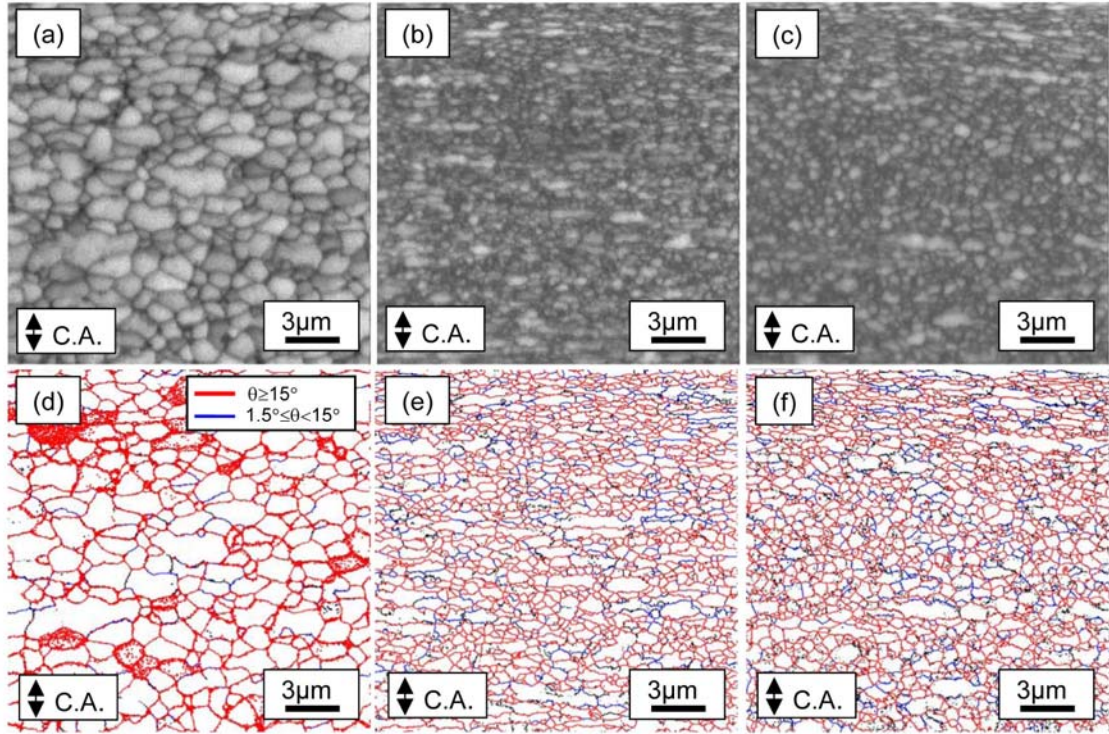


Fig. 3.15 Image quality maps ((a)-(c)) and boundary maps ((d)-(f)) obtained from EBSD analysis for the 0.45C martensitic steel after 60% deformation at strain rates of (a), (d) 10^{-3} s^{-1} , (b), (e) 10^{-1} s^{-1} , and (c), (f) 10 s^{-1} at 923K. Red and blue lines represent high angle boundary and low angle boundary, respectively.

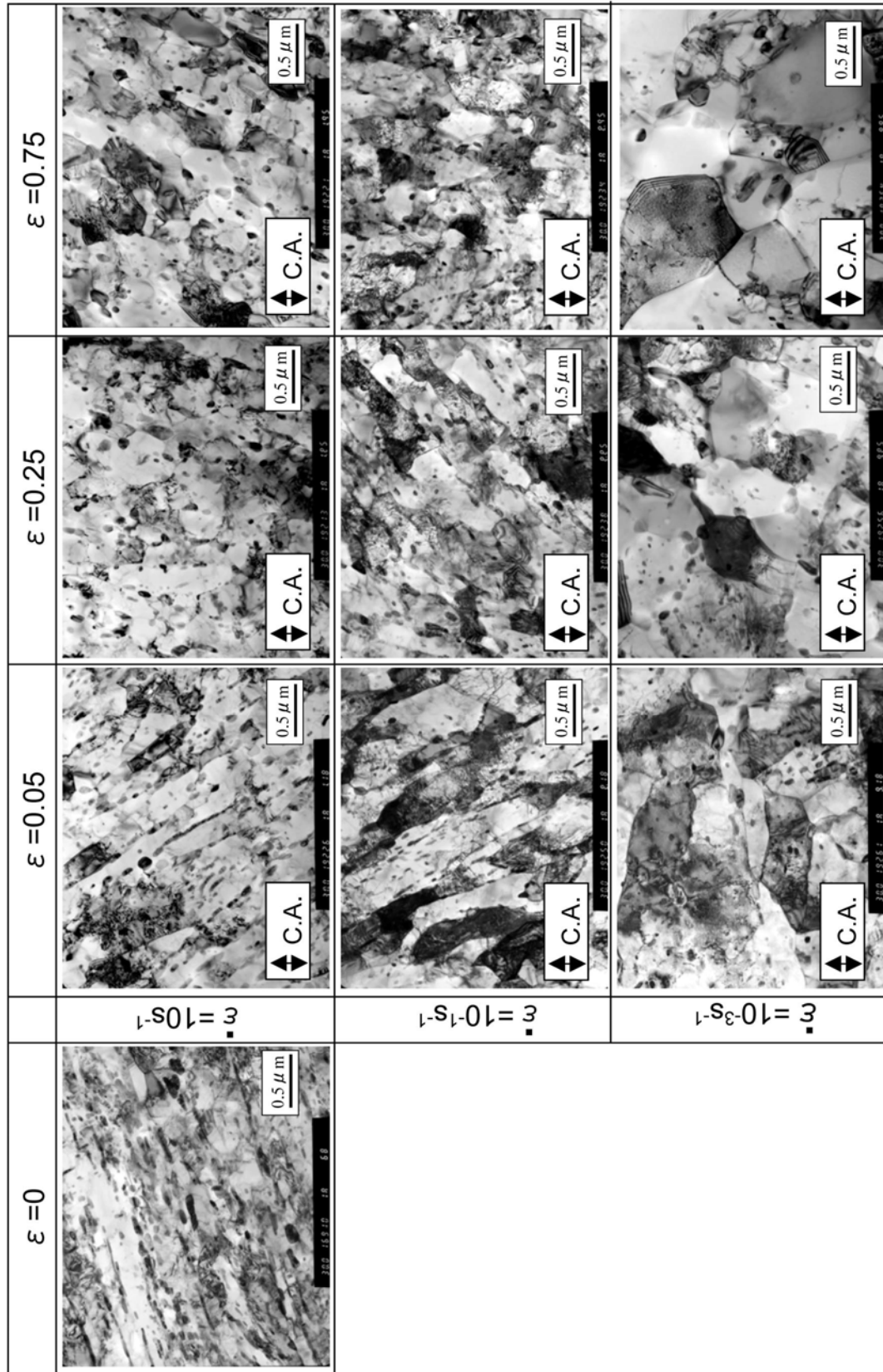


Fig. 3.16 TEM micrographs of the undeformed and deformed 0.45C steels. Compression tests were carried out with the strain rates of $10^{-3} \sim 10 \text{ s}^{-1}$ and the strain levels of 0.05, 0.25 and 0.75 at 923K.

3. 3. 4 フェライト粒径に及ぼす C 量の影響

3. 3. 1～3. 3. 3 節の検討により、初期組織マルテンサイトを 873K に加熱し、ひずみ速度 10s^{-1} で 1 パス 60%の温間加工をすることにより大角粒界で囲まれた微細なフェライト組織が得られることが明らかとなった。マルテンサイトは C 量の増加とともにブロックサイズが減少し、転位密度が増加する[16]ため、C 量の増加によってさらにフェライト粒径が微細化できる可能性がある。そこで、加工後の微細フェライト粒径に及ぼす C 量の影響を明らかにするために、0. 30 ～0. 60mass%の範囲で C 量の異なる 3 水準の試験片を用いて圧縮加工を行った。いずれの供試鋼も Fig. 3. 1(d)に示した熱処理により初期組織をマルテンサイトとした後、圧縮加工試験を実施した。加工前のマルテンサイト組織を EBSD で結晶方位解析した結果を Fig. 3. 17 に示す。0. 30C 鋼、0. 45C 鋼および 0. 60C 鋼のブロックサイズはそれぞれ、 $1.11\text{ }\mu\text{m}$ 、 $0.90\text{ }\mu\text{m}$ 、 $0.78\text{ }\mu\text{m}$ であり、C 量の増加に伴い微細化していることがわかる。熱間加工後の微細フェライト組織を SEM 観察した結果を Fig. 3. 18 に示す。C 量の増加にともないセメンタイト量が増加し、フェライト粒径が小さくなる傾向が見られた。これら組織をさらに TEM 観察した結果を Fig. 3. 19 に示す。SEM 組織と同様に、C 量の増加にともないフェライト粒径が微細化し、多数のセメンタイトが粒界上に観察された。検討した C 量範囲では 0. 60C 鋼で最も微細なフェライト組織が得られた。0. 45C 鋼の平均フェライト粒径は 3. 3. 1 節で示したように $0.7\text{ }\mu\text{m}$ であったが、0. 6C 鋼では平均粒径 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ の微細粒組織が得られた。C 量と微細粒鋼のビッカース硬さの関係を Fig. 3. 20 に示す。最も微細な組織が得られた 0. 6C 鋼では HV320 であり、強度レベルに換算すると 1000MPa 級の引張強さに相当する。微細粒鋼は 90%以上の高い降伏比を示すことが知られているため、降伏比を 90%と仮定すると 900MPa 級の降伏強さが得られていると見積もることができる。これは従来型非調質鋼の 1. 5 倍以上の高強度化に相当する。微細粒鋼の引張試験結果に関しては、第 5 章で示す。

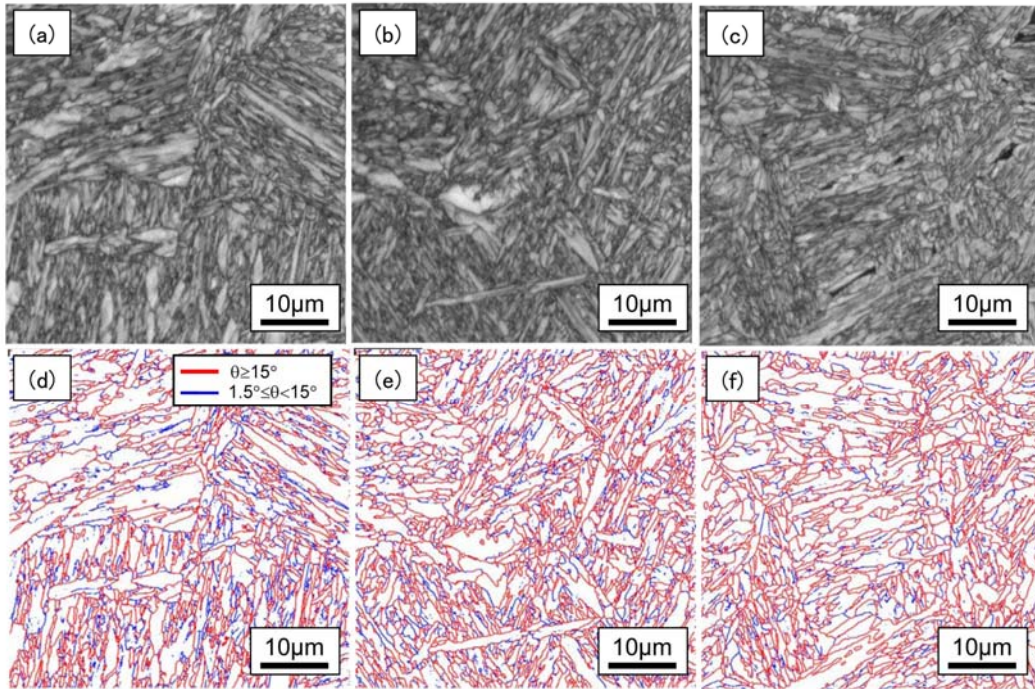


Fig. 3.17 Image quality maps ((a)-(c)) and boundary maps ((d)-(f)) obtained from EBSD analysis for the lath martensite in (a), (d) 0.30C steel, (b), (e) 0.45C steel, and (c), (f) 0.60C steel. Red and blue lines represent high angle boundary and low angle boundary, respectively.

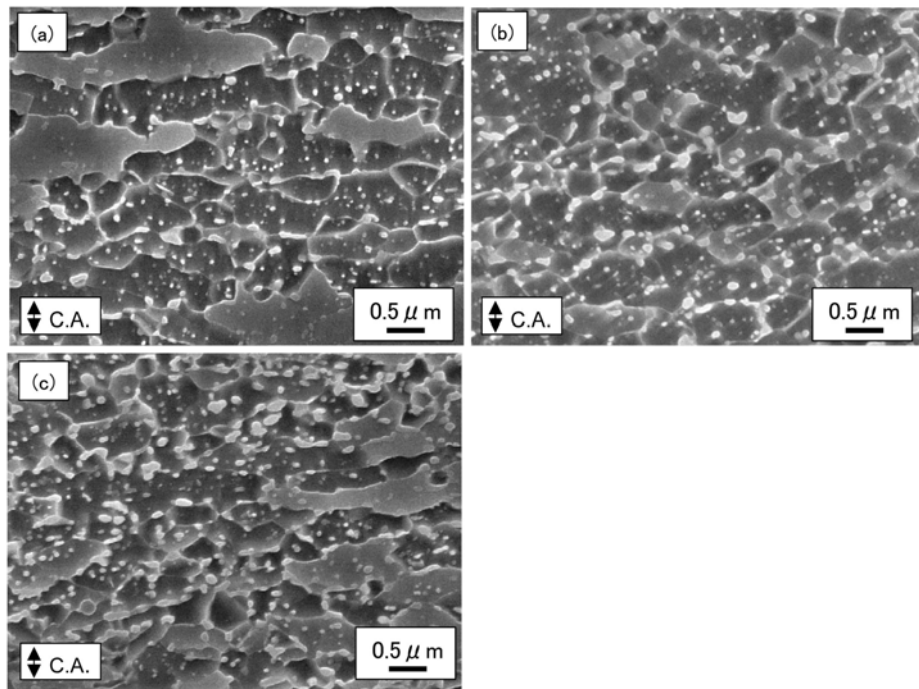


Fig. 3.18 SEM micrographs for the (a) 0.30C, (b) 0.45C, and (c) 0.60C martensitic steel after deformation with a reduction of 60% in height at 923K.

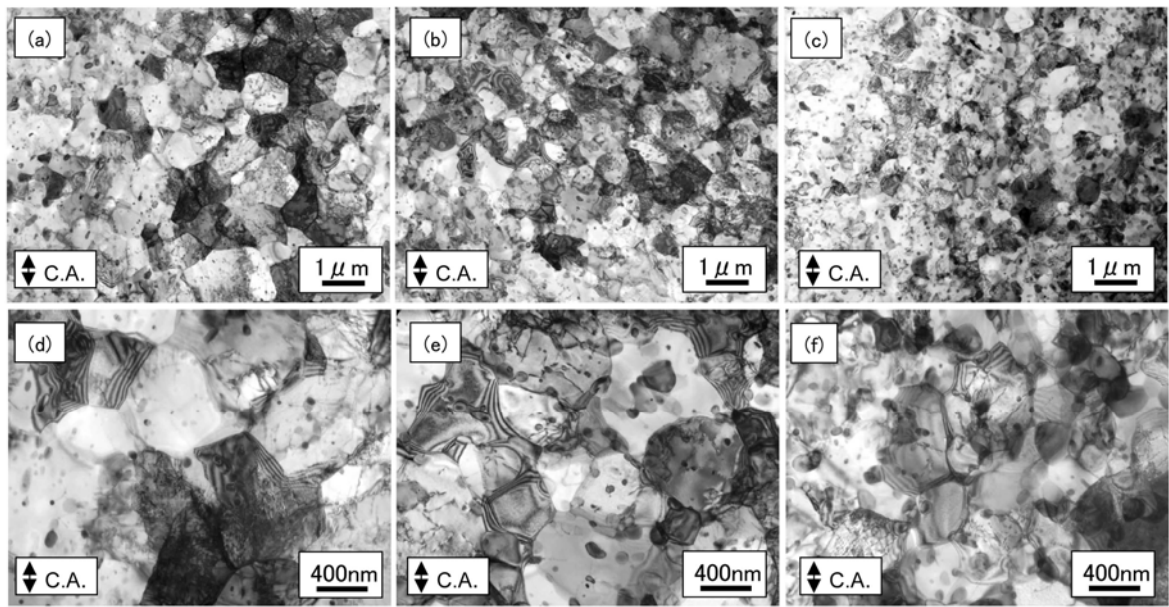


Fig. 3.19 TEM micrographs of the 0.30C martensitic steel (a), (d), 0.45C martensitic steel (b), (e), and 0.60C martensitic steel (c), (f) deformed by a reduction of 60% in height at 923K and 10 s^{-1} .

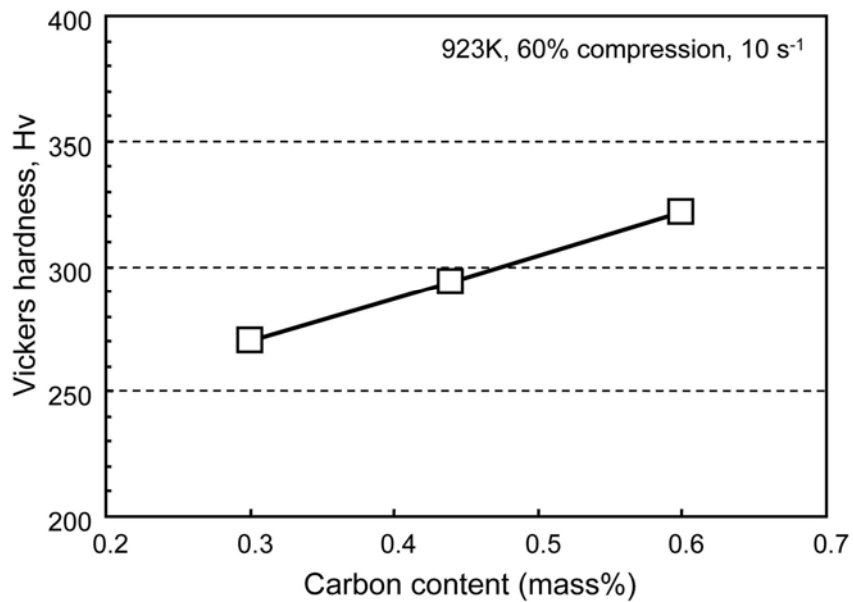


Fig. 3.20 Effect of carbon content on Vickers hardness of the fine -grained ferrite and cementite microstructures obtained by 60% compression at 923K and 10 s^{-1} .

3. 4 考察

3. 4. 1 微細フェライト形成に及ぼす初期組織の影響

3. 3. 1 節で示したように、加工前組織がマルテンサイトの場合に、 $\varepsilon = 1$ の 1 パス温間加工により結晶粒径 $1 \mu\text{m}$ 以下の微細フェライト組織が得られた。得られた微細フェライト組織は、大角粒界で囲まれた等軸フェライト粒と微細なセメンタイトで構成され、さらにフェライト粒内に加工により導入された転位が観察された。また、加工途中で組織凍結した供試鋼の組織観察結果からも等軸フェライト粒の形成が確認されたことから、微細フェライト粒は加工中の動的再結晶により形成したと結論づけられる。本研究で用いた供試鋼は、いずれもフェライトとセメンタイトで構成された組織であるにもかかわらず、マルテンサイトを出発組織とした場合にのみ動的再結晶粒が発現したということは、他の組織とは異なるマルテンサイトの組織的特徴が動的再結晶の発現に大きく影響したと解釈できる。マルテンサイトは、**Fig. 3. 21**[16]に示すように微細なラスや同一方位のラスで構成されるブロック、さらには同一晶癖面を持つブロックの集団であるパケットにより構成された微細組織であり高い転位密度を有する。そこで、種々の出発組織で得られた結果との対比により出発組織の粒径、転位密度の影響について考察する。

動的再結晶は、出発組織の粒径が小さくなるほど発現しやすくなることが知られている[17-19]が、本研究では出発組織の結晶粒径が小さい場合であっても必ずしも動的再結晶による

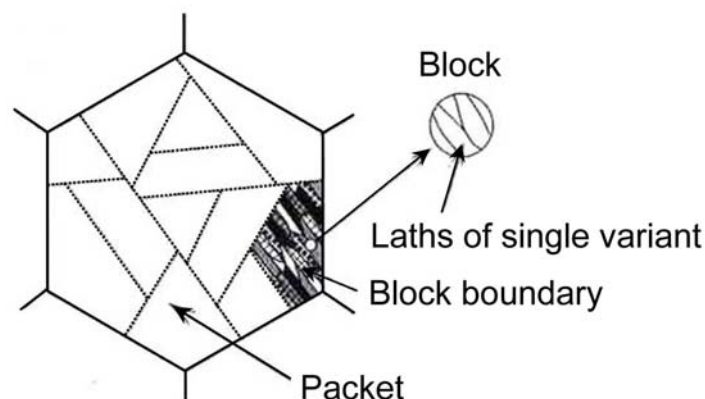


Fig.21 Schematic illustration showing lath martensite structure in 0.6mass%C alloy [16].

結晶粒微細化が起こらなかった。すなわち、F+P 組織は、パーライトラメラ間（平均ラメラ間距離=0.19 μm ）に形成された板状の微細フェライトで構成されたパーライトを主体とする組織であるが、加工パーライト組織は、圧縮軸に垂直な方向に伸長しており、動的再結晶による微細組織の形成は観察されなかった。また、UB 組織も微細なラス状フェライトで構成されているにもかかわらず、加工 UB 組織からは動的再結晶による微細組織は形成されなかった。これらの組織に共通する点は、出発組織の微細フェライトはいずれも小角粒界で囲まれており、大角粒界で囲まれた組織単位（有効結晶粒径）は M 組織に比べて粗大であった点である。したがって、 $\varepsilon = 1$ の 1 パス温間加工で動的再結晶によって微細組織を得るためには、大角粒界で囲まれた有効結晶粒径の微細化が必要である。

次に出発組織の転位密度が加工材組織に及ぼす影響を検討するために、SA 組織と M 組織の加工組織を比較してみる。SA 組織は M 組織と同様に、大角粒界で囲まれた微細フェライト組織であるが、転位密度が異なる。すなわち、M 組織の転位密度は $10^{15} \sim 10^{16} \text{m}^{-2}$ [20] であるとされているのに対して、SA 組織などのように十分な焼なまし状態のフェライトの転位密度は $10^{10} \sim 10^{12} \text{m}^{-2}$ [21] であるとされている。加工 SA 組織は加工 M 組織に比べフェライト粒が粗大で大角粒界の比率が低かった。このことは、たとえ出発組織が大角粒を主体とする微細なフェライト組織であっても、転位密度が低い場合には大角粒を主体とする微細フェライト粒が得られないことを示しており、出発組織の有効結晶粒径とともに転位密度も動的再結晶の発現に影響していることを示している。Furuhashi ら [22] は、焼戻し処理した過共析鋼の温間加工において転位密度が動的再結晶による微細フェライトの形成に大きく影響していることを示唆している。また、Bao ら [23] は、17Ni-0.2C 鋼の熱間加工組織に及ぼす転位密度の影響について検討した結果、転位密度の低下が動的再結晶を抑制することを示しており、これも転位密度の重要性を示している。一方、転位密度が高い場合であっても出発組織の有効結晶粒径が粗大な場合、すなわち、出発組織が UB 組織（転位密度： $10^{14} \sim 10^{15} \text{m}^{-2}$ [24]）の場合には、動的再結晶による微細組織は形成されおらず、動的再結晶の発現には、有効結晶粒径が微細であり、かつ転位密度が高い方が有利であると考えられる。

F+P 組織を加工した場合、初析フェライトのみが動的再結晶により微細化した。これはパーラ

イトに比べフェライトの変形抵抗が低いため、初析フェライトにひずみが集中する不均一変形により動的再結晶が発現し、初析フェライトのみが微細化したと考えられる。辻ら[25]は、動的再結晶粒の核生成には局所的な不均一変形領域の存在が重要であることを示し、出発組織が均一であるよりもむしろ局部的に不均一である方が動的再結晶の発現には好ましいことを示している。Fig. 3. 16 に示したように、マルテンサイトを加工温度に加熱保持すると多数の微細なセメンタイトが析出していた。これらセメンタイトは、加工中に局所的な不均一変形を誘発し、また、熱間加工中の回復を抑制するため、微細炭化物の存在も微細組織形成に影響を及ぼしたと考えられる。

以上のことから、出発組織をマルテンサイトとした場合に微細なフェライト組織が得られた理由として、①マルテンサイトが大角粒界で囲まれた微細なブロック組織であること、②高転位密度組織であること、③微細セメンタイトの析出によって不均一変形を誘発すること、が影響したと考えられる。

3. 4. 2 微細組織形成に及ぼす加工条件の影響

鋼のフェライト相の動的再結晶による微細フェライトの形成に関する研究は、これまで低炭素鋼の分野で数多く行われてきた[6-9]。辻ら[9]や大森ら[6, 7]は、低炭素鋼に関して次式で表される Zener-Hollomon 因子 (Z 因子) と動的再結晶粒径との相関を明らかにし、オーステナイトと同様に動的再結晶で得られるフェライト粒径が Z 因子で整理できることを示した。

$$Z = \dot{\epsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (3. 1)$$

ここで、 $\dot{\epsilon}$: ひずみ速度 (s^{-1})、 Q : 高温変形の見かけの活性化エネルギー ($J \cdot mol^{-1}$)、 R : 気体定数 ($=8.314 J \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}$)、 T : 加工温度 (K)、である。本研究で最も微細粒が得られた加工条件 (加工温度 923K、ひずみ速度 $10s^{-1}$) の場合、 Z 因子は $2.37 \times 10^{15}s^{-1}$ である。なお計算では、活性化エネルギー Q の値としてキュリー点 ($T_c=1053K$) 以下のフェライト鉄の自己拡散活性化エネルギー $254kJ \cdot mol^{-1}$ を用いた[26]。Fig. 3. 22 は、 Z 因子 ($\log(Z)$) と動的再結晶により得られるフェライト粒径の関係を示したものである。IF 鋼の結果は、最大加工ひずみ 0.8 の加工によって得られたものであり、0.16mass%C 鋼の結果は、加工ひずみ 3~4 の大ひずみ加工によって得

られたものである。本研究で得られたフェライト粒径は、従来報告されている Z 因子と動的再結晶粒径の相関と同一ライン上にあり、加工後の粒径は Z 因子とよい相関を持つことがわかる。 Z 因子は本来、拡散が変形に強く寄与するような高温変形を記述するパラメータであるが、本研究のように 923K における高 Z 加工による新粒形成機構も、一種の熱活性化過程として解釈できることを示している。ひずみ速度の低下によりフェライト粒径が粗大化する傾向が見られたが、 Z 因子と粒径の相関からこれらの結果は容易に類推される。

Murty ら[8] は、低炭素フェライト・パーライト鋼を出発組織とした熱間加工において得られたフェライト粒の形態を、 Z 因子とひずみ量の観点から Fig. 3. 23 のように整理した。すなわち、 Z 因子と圧縮ひずみにより、得られる組織は①伸長粒領域、②伸長粒にそって新たに生成した超微細粒領域、③新たに生成した超微細粒領域、の 3 つの領域に分類することができ、また、 Z 因子の大きな加工ほど等軸微細フェライト粒を得るためには圧縮ひずみを大きくしなければならないことを示した。例えば、 $\log(Z)=12$ の場合に組織全体が新たに生成した超微細粒とするためには少なくとも 2.4 以上の圧縮ひずみが必要であり、 Z 因子の増大にともない大角粒界で囲まれ

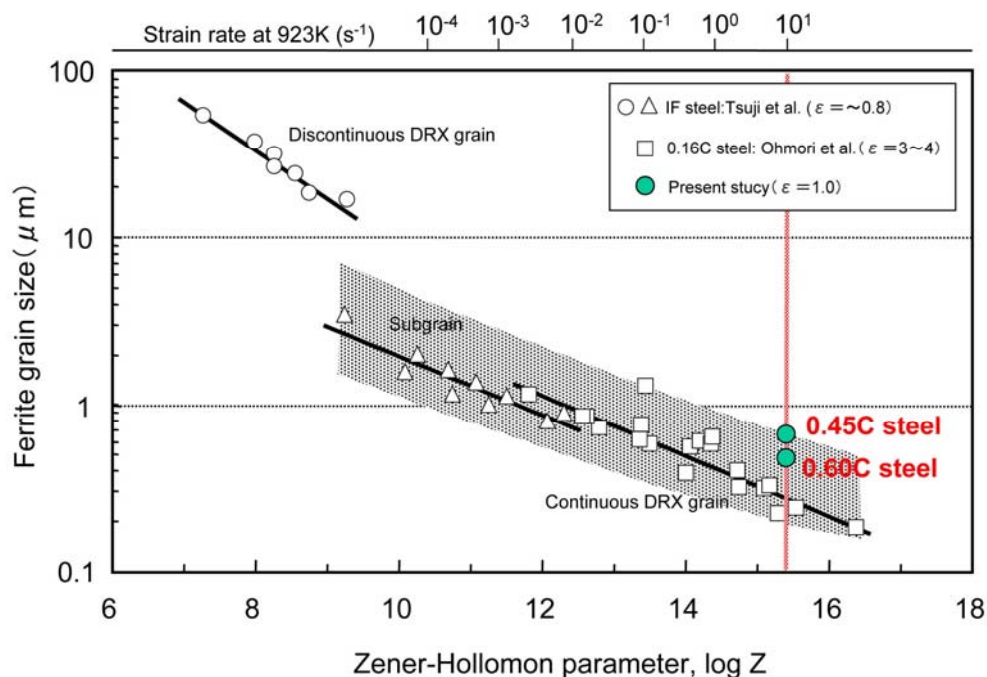


Fig. 3.22 The relationship between Z parameter and ferrite grain size obtained by DRX and subgrain size reported in the previous study [5, 9]. Solid circles corresponds to the ferrite grain size obtained by the compression of medium carbon martensitic steels in the present study.

た微細フェライト粒を主体とする組織を得るためにはさらに高ひずみ加工が必要であることを示した。ひずみ量 2.4 以上の加工を本研究で実施した圧縮試験に適用すると 92%以上の圧縮加工に相当する。このような高ひずみの付与は、鍛造プロセスへの適用を考えると事実上不可能であり、実用的には可能な限り動的再結晶の発現に必要なひずみ量を低減することが必要である。本研究の加工条件から導出される Z 因子とひずみ量はそれぞれ 2.37×10^{15} と $\varepsilon = 1$ であるため **Fig. 3.23** の分類では等軸微細フェライト粒を主体とする組織は得られないことになるが、実験結果から明らかなように、実際には平均粒径 $0.5 \sim 0.7 \mu\text{m}$ の大角粒で囲まれた均一な微細フェライト粒が得られた。これらの結果は、出発組織をマルテンサイトとすることで従来の微細粒生成条件よりも低いひずみで微細粒が得られることを示しており、工業的観点からも非常に重要な知見である。

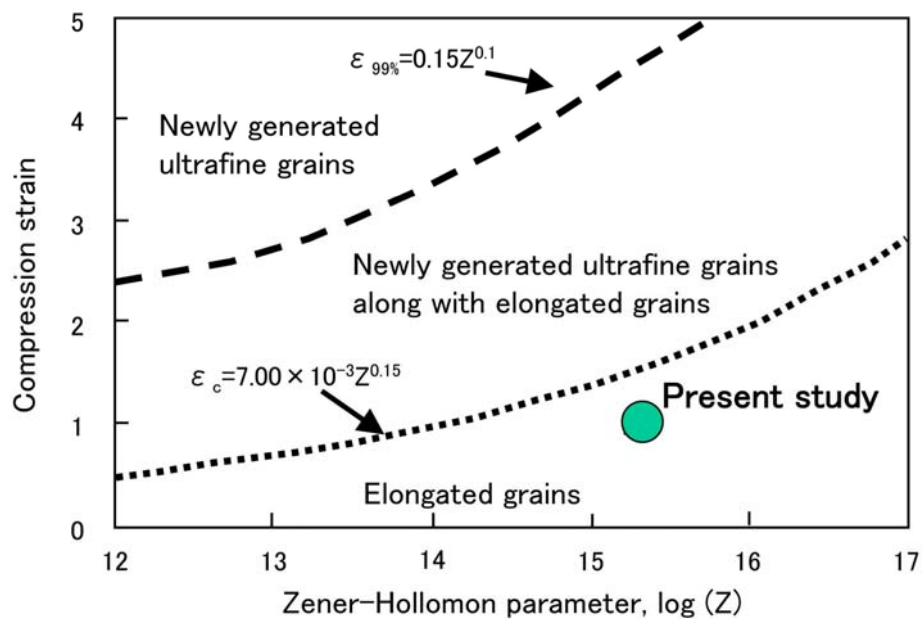


Fig. 3.23 Classification of microstructural manifestations after large strain, high Z deformation of a 0.15 carbon steel as a function of Zener-Hollomon parameter, reported in the previous study [10]. A large solid circle corresponds to the deformation condition in the present study.

3. 5 結言

中炭素鋼を供試鋼に、フェライト・パーライト組織、球状化焼鈍組織、上部ベイナイト組織およびマルテンサイト組織の4種類の組織を出発組織として60% ($\varepsilon = 1$) の1パス熱間加工による微細フェライト生成の可能性を検討し、以下の結果を得た。

(1) フェライト・パーライトを出発組織とした場合、加工中に初析フェライトが微細化した。これは、加工中に硬質なパーライトよりも軟質なフェライトにひずみが集中することによって不均一変形が起こったことに起因していると考えられる。

(2) 球状化焼鈍組織を出発組織とした場合、加工により微細なフェライト粒が得られたが、小角粒界の比率が高い組織であった。これは出発組織の転位密度が低いためであることに起因している。

(3) 上部ベイナイト組織を出発組織とした場合、加工により圧縮軸に垂直な方向に伸長したフェライト粒が多数観察されたものの微細フェライト粒は形成されなかった。これは出発組織の有効結晶粒径が粗大であることに起因している。

(4) マルテンサイト組織を出発組織とした場合、等軸フェライト粒を主体とする均一な微細粒組織が得られた。得られた微細フェライトは大角粒界で囲まれ、内部に転位組織を有することから動的再結晶により生成したものと結論付けた。

(5) 微細粒の粒径は従来知見で示されたZ因子と結晶粒径の関係とほぼ一致していた。しかし、均一な微細粒組織を得るために必要なひずみ量は、出発組織をマルテンサイトとすることで従来知見よりも大幅に低減できた。

(6) 中炭素マルテンサイトを出発組織とすることで従来よりも低ひずみで微細粒が得られる理由は、①マルテンサイトが一種の微細粒組織である、②転位密度が高い組織である、③パケット/ブロックからなるマルテンサイト組織自身の複雑な形状と、マトリックスに分散した炭化物によって、加工時に不均一変形が誘発される、ことによる。

(7) 本研究の実施した条件範囲において、微細フェライト粒を得るために好適な加工条件は、加工温度 923K、ひずみ速度 10s^{-1} であった。

(8) 供試鋼のC量を増加により、出発組織のブロック組織を微細化し、加工中の不均一変形を

誘発する微細セメンタイト量を増加させることによって、平均粒径 $0.5\ \mu\text{m}$ の超微細粒を $\varepsilon = 1$ の加工により達成した。平均粒径 $0.5\ \mu\text{m}$ の微細粒組織の平均硬さは HV320 であり、降伏強さに換算すると従来型非調質鋼の 1.5 倍に相当する強度である。

参考文献

- [1] 例えば、塑性加工技術シリーズ 4 「鍛造 ー目指すはニアネットシェイプ」、日本塑性加工学会編、コロナ社 (1995)
- [2] 「自動車用材料の経済性に係わる諸要因の調査研究報告書」, (財) 機械振興会 経済研究所, 委託先 (社) 日本鉄鋼協会 (平成 8 年 2 月)
- [3] 例えば、竹山秀彦著「切削加工」, 丸善(1980)
- [4] 例えば、高木節雄：第 141・142 回西山記念講座, 日本鉄鋼協会編, 東京, (1992), p. 3
- [5] 例えば、I. Nomura, N. Iwama, and Y. Wakikado: SAE Technical Paper, (1989), 890511
- [6] A. Ohmori, S. Torizuka, and K. Nagai: ISIJ-Int., Vol.44, No.6 (2004), pp.1063-1071
- [7] 大森章夫、鳥塚史郎、長井寿、山田賢嗣、向後保雄:鉄と鋼, Vol.88 (2002), No.12, pp.857-864
- [8] S. V. S. Narayana Murty, Shiro Torizuka, Kotobu Nagai, Naoshi Koseki, and Yasuo Kogo : Scripta Materialia, Vol.52 (2005), pp.713-718
- [9] 辻伸泰、G. Krauss、齋藤好弘：CAMP-ISIJ, Vol.14 (2001), 1161
- [10] 梅本実：ふえらむ, Vol.2 (1997), No.10, pp.731-736
- [11] 例えば、Leonard E. Samuels: "Light Microscopy of Carbon Steels", ASM Internationals, Materials Park, OH, Aug. 1999.
- [12] 例えば、レスリー鉄鋼材料学、丸善 (1985)、p.177
- [13] 矢田浩、瀬沼武秀、松村義一：鉄鋼の結晶粒超微細化、鉄鋼基礎共同研究会 鉄鋼の結晶粒超微細化部会編、日本鉄鋼協会、東京 (1991)、p.9
- [14] N. Tsuji, Y. Matsubara, Y. Saito, and T. Maki: J. Jpn. Isnt. Met., 62 (1998), p.967-976
- [15] 八木宏幸、辻伸泰、齋藤好弘：鉄と鋼、Vol.86 (2000)、No.5、pp.349-356
- [16] S. Morito, H. Tanaka, R. Konishi, T. Furuhashi, and T. Maki: Acta Mater., Vol.51 (2003),

- pp. 1789-1799
- [17] J. P. Sah, G. J. Richardson, and C. M. Sellars: Metal Sci., Vol.8 (1974), pp.325-331
- [18] C. Ouchi and T. Okita: Trans. ISIJ, Vol.22 (1982), pp.543-551
- [19] L. Blaz, T. Sakai, and J. J. Jonas: Metal Sci., Vol.17 (1983), pp.609-616
- [20] R. W. K. Honeycombe and H. K. D. H. Bhadeshia: "Steels, 2nd ed.", Butterworth Heinemann (1995), p. 94
- [21] 荒木透編著:「鉄鋼材料学」, 丸善 (1970), p. 40
- [22] T. Furuhashi, T. Yamaguchi, S. Furimatsu, and T. Maki: Mater. Sci. Forum 539-543 (2007), p. 155
- [23] Y. Z. Bao, Y. Adachi, Y. Toomine, P. G. Xu, T. Suzuki, and Y. Tomota: Scripta Mater., Vol. 53 (2005), pp.1471-1476
- [24] H.K.D.H. Bhadeshia: "Bainite in Steels, 2nd ed.", IOM Communications (2001), p.28
- [25] N. Tsuji, Y. Matsubara, Y. Saito, and T. Maki: J. Jpn. Inst. Met., Vol.62 (1998), p. 967-976
- [26] D. W. James and G. M. Leak: Phil. Mag., Vol.14 (1966), p. 701

第4章 低温変態ベイナイト鋼の残留オーステナイト組織微細化

4.1 緒言

鋼のベイナイトは、マルテンサイトに次いで高強度が得られる組織であるため、これまで棒鋼・線材分野においてさまざまなベイナイト型非調質鋼が開発されてきた[1-8]。一例として、熱間鍛造用非調質鋼におけるベイナイト鋼の位置づけをフェライト・パーライト鋼、マルテンサイト鋼と比較して **Fig. 4.1** に示す[9]。**Fig. 4.1** は、第1章で示した **Fig. 1.15** を再度示すものである。フェライト・パーライト鋼がVの析出強化を用いて最大で900MPa級の非調質鋼として使用されているのに対して、ベイナイト鋼では1100MPa級の強度レベルまでをカバーしている。一方、ベイナイト鋼は高強度が得られるものの、マルテンサイト鋼に比べて靱性が低く、降伏強さが低いという欠点を有しているため、適用される部品には制限があった[9]。そのため実用的観点からは、炭化物を低減し靱性を向上させるために低C、高Mn組成をベースとした鋼が最も多く用いられている。また、変態後にオーステナイトが残留する場合には、TRIP効果[10]により加工硬化能が高くなり降伏比（＝降伏強さ/引張強さ）が低減するため、比較的低温、短時間の時効処理を行うことによって、残留オーステナイト量を低減し、高い降伏比を得るなどの手法が適用されてきた[9]。このように残留オーステナイトは、機械的特性を低下させる場合があるため、棒線分野ではあまり積極的に利用されてこなかった。しかし最近、残留オーステナイトを組織形成に積極的に利用した高強度ベイナイト鋼（いわゆるスーパーベイナイト）が開発されている[11, 12]。この鋼は組織が微細なベイナイトプレートとプレート間に生成する層状の残留オーステナイトにより構成されているため、フェライトの微細化効果により、ベイナイトであるにも係わらずマルテンサイトに匹敵する硬さが得られている。一方、ベイナイト変態によって生成する残留オーステナイトには、層状残留オーステナイトだけではなく、異なる方位のベイナイトシーフに囲まれたブロック状オーステナイトもあり（**Fig. 4.2**）、そのC量は層状オーステナイトよりも低いことが報告されている[13]。ここでいうシーフとは、同一方位に成長するベイナイトプレートの集合体である。このようなブロック状残留オーステナイトは層状オーステナイトに比べてひずみ誘起変態が起こりやすく加工硬化能を高めるため、高降伏比が求められる棒線分野の非調質鋼としては好ましくない。

そこで本章では、高強度ベイナイト鋼の棒線分野への適用の観点から降伏比を高める目的で、変態中の応力付与および二段恒温変態による粗大なブロック状残留オーステナイトの低減可能性について検討した。本章で得られた、ブロック状残留オーステナイトを低減した高強度ベイナイト鋼の引張特性については、第5章で述べる。

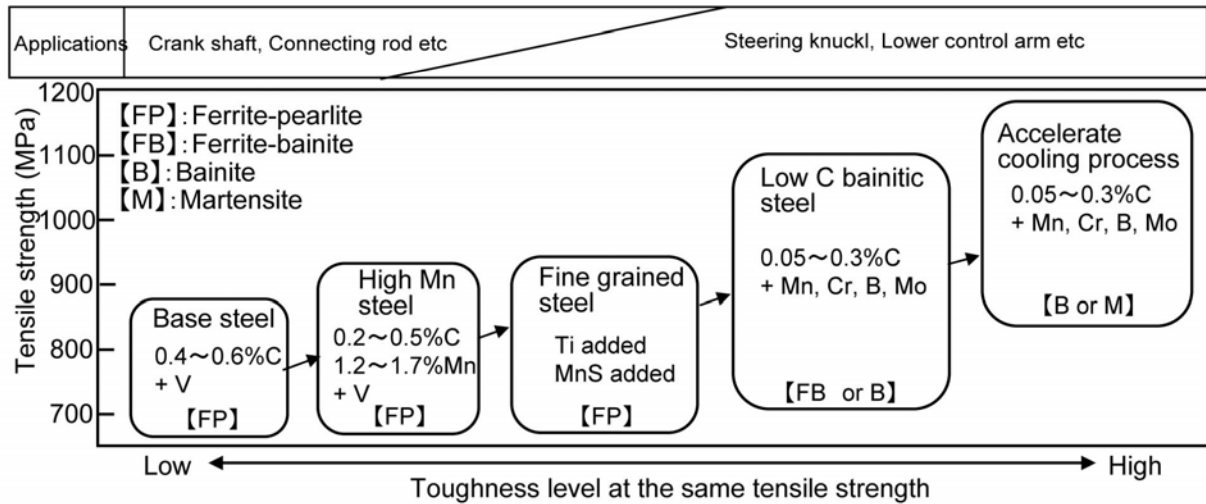


Fig. 4.1 Relationship between tensile strength and toughness of non heat treated steels for hot forging process.

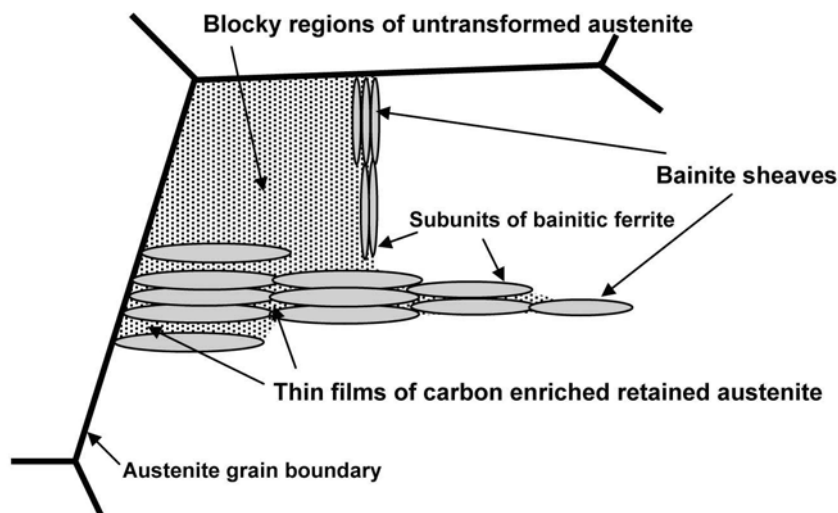


Fig. 4.2 Schematic illustration showing morphology of bainite sheaves and untransformed austenite in bainitic microstructure.

4. 2 実験方法

4. 2. 1 供試鋼

供試鋼の化学組成を Table 4.1 に示す。供試鋼は、ベイナイト変態開始温度 (B_s 点) を調整するために C、Mn、Cr、Mo を適量添加し、恒温変態処理時の変態促進を目的として Al、Co を添加した上で、さらに変態後の組織がベイナイトと残留オーステナイトの二相組織となるように炭化物の生成抑制効果のある Si[14, 15]の含有量を高めた鋼である。供試鋼は、50kg 真空溶製鋼であり、1473K に加熱後、40mm 厚の鋼板に熱間圧延し、1473K で 172.8ks の均質化処理を行った後、各種試験片に加工し試験に供した。化学組成をもとに計算した恒温変態曲線図 (TTT 図) を Fig. 4.3 に示す。計算は、Bhadeshia らの方法で行った[16]。供試鋼の計算 TTT 図では、フェライト変態とベイナイト変態が明瞭に分離している。本研究では、後述するように恒温変態処理によってベイナイト組織を得るため、その熱処理温度はベイナイト変態開始温度 (B_s 点、646K) とマルテンサイト変態開始温度 (M_s 点、398K) の間の温度域とした。

Table 4.1 Chemical composition of the steel examined.

(mass%)								
C	Si	Mn	P	S	Al	Mo	Cr	Co
0.79	1.56	1.98	0.002	0.002	1.01	0.24	1.01	1.51

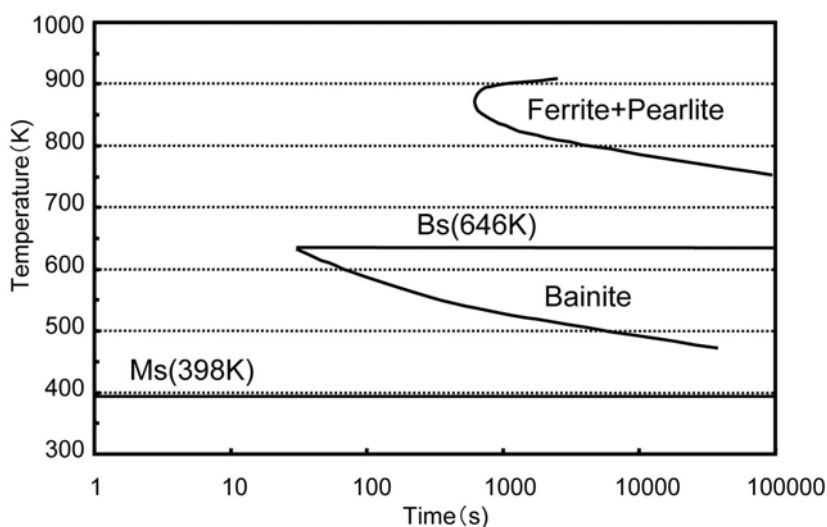


Fig. 4.3 Calculated time-temperature-transformation diagram of the steel examined.

4. 2. 2 熱処理方法

供試鋼より直径 8mm、高さ 12mm の円柱状試験片を作製し、熱間加工再現装置(Thermecmastor-Z、富士電波工機(株)製)を用いて熱処理を行った。本研究では、ブロック状残留オーステナイトの微細化を目的に 2 種類の熱処理パターンで実験を行った。それぞれの熱パターンを Fig. 4. 4 に示す。Fig. 4. 4(a) は、恒温変態処理中に 0. 2%耐力以下の応力を付与する熱処理である。供試鋼を 1173K でオーステナイト化した後、フェライト変態およびパーライト変態を抑制するために恒温変態処理温度まで急冷し、同温度に 15s 保持した後に 4~200MPa の応力を付与した。試験片への負荷応力は温度変化にともなう熱膨張率の影響も受けるため、Thermecmastor-Z の応力制御モードで実験を行った。圧縮試験温度と供試鋼の 0. 2%耐力の関係を Fig. 4. 5 に示す。最小応力 4MPa は装置の制御モード設定上、微小応力を付与する必要があったため負荷した応力であり、実質的にはゼロストレスの水準である。試験の開始から 4MPa の応力を付与し、恒温変態処理に入った時点で所定の応力に増大して試験を行った。最大応力 200MPa は、本実験の最も高い恒温変態処理温度(623K)においても 0. 2%耐力の 70%程度の応力であり、塑性変形の影響はほとんど無視できる。Fig. 4. 4(b) は、一段目の恒温保持で生成した粗大なブロック状残留オーステナイトからのベイナイト変態を期待して実施した二段階の恒温変態処理である。二段目の恒温保持時間は一段目より長く設定し 36~64. 8ks とした。本熱処理条件では負荷応力を 4MPa とした。いずれのパターンの熱処理においても、恒温保持中のベイナイト変態による体積膨張を定量化するためにレーザ式熱膨張計を用いて試験片直径方向の熱膨張量を測定した。恒温保持中のひずみ変化は、所定の温度に到達し試験片の温度が安定化した時点、すなわち、制御プログラム上の保持開始時間から 10s 経過した時点からの試験片の直径変化量に基づき次式により算出した。

$$\varepsilon = (D_1 - D_0) / D_0 \quad (4. 1)$$

ここで、 D_0 : 保持開始から 10s 後の試験片直径、 D_1 : 任意の保持時間における試験片直径、である。

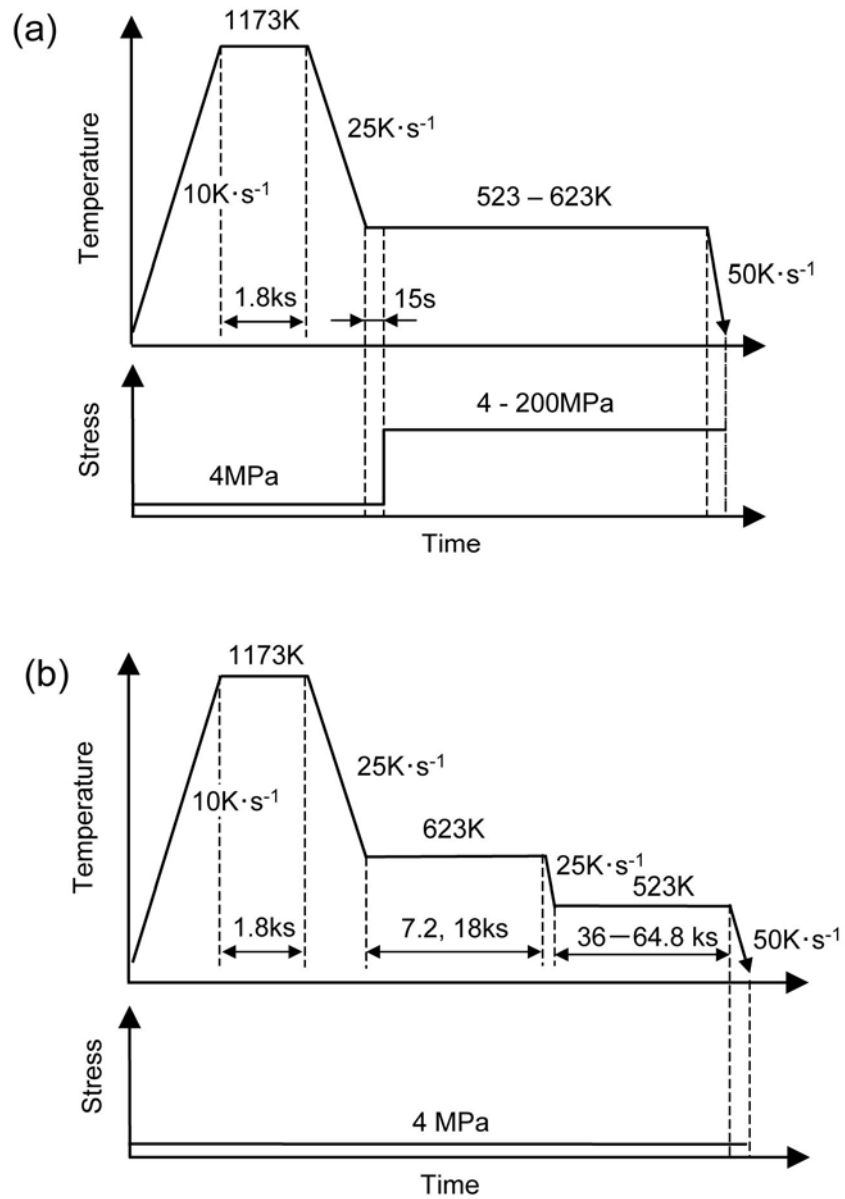


Fig. 4.4 The diagrams showing the heat treatments used to study (a) stress affected bainite transformation and (b) two stage isothermal treatment.

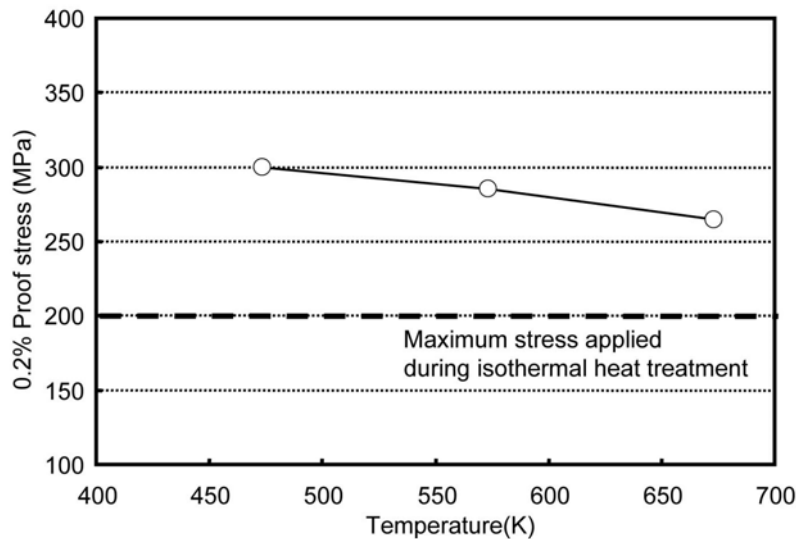


Fig. 4.5 Experimentally determined 0.2 % proof stress of the austenite as a function of test temperature.

4. 2. 3 組織観察方法

熱処理後の試験片の高さ方向に平行な中心面を切断した後、導電性樹脂に埋め込み、エメリー紙、ダイヤモンドペーストで研磨した。アルミナで鏡面仕上げ研磨を行った後、2%ナイトール液で腐食し、試験片中央部の金属組織を光学顕微鏡および走査型電子顕微鏡 (SEM) により観察した。また、これら組織の方位マッピングを Electron Back Scattering Diffraction (以後、EBSD) 法により行った。

4. 2. 4 ベイナイト体積率測定方法

本研究で用いた供試鋼のミクロ組織はベイナイトと残留オーステナイトの二相組織であるため、X線回折法によりベイナイト体積率を測定した[17]。熱処理後の試験片のL方向に平行な中心面を切断しエメリー紙で研磨した後、ダイヤモンドペーストで鏡面仕上げ研磨を行った。研磨時に試験片表面に形成される加工硬化層を除去する目的で、仕上げ研磨後の測定面を2%ナイトール液で腐食した。仕上げ研磨と腐食を3回繰り返した後、測定に供した。残留オーステナイトとベイナイトの体積比率を求めるためにX線回折装置 (Philips 社製、PW1730X) を用いて、Cu-K α 線、管電圧 40 kV、管電流 40mA、スキャン速度は、 $2\theta = 1^\circ \text{ min}^{-1}$ の条件にてステップスキャン法で各相の特性 X 線強度を測定した。測定結果の一例を Fig. 4.6 に示す。図から明らかなよう

に、X線回折のピークは残留オーステナイト（ γ ）とフェライト（ α ：ベイナイト）の二相で構成されている。オーステナイトの(111)面、(200)面、(220)面および(311)面のピークの積分値とフェライトの(011)面、(002)面、(112)面、(022)面のピークの積分値の比よりベイナイト体積率を導出した。

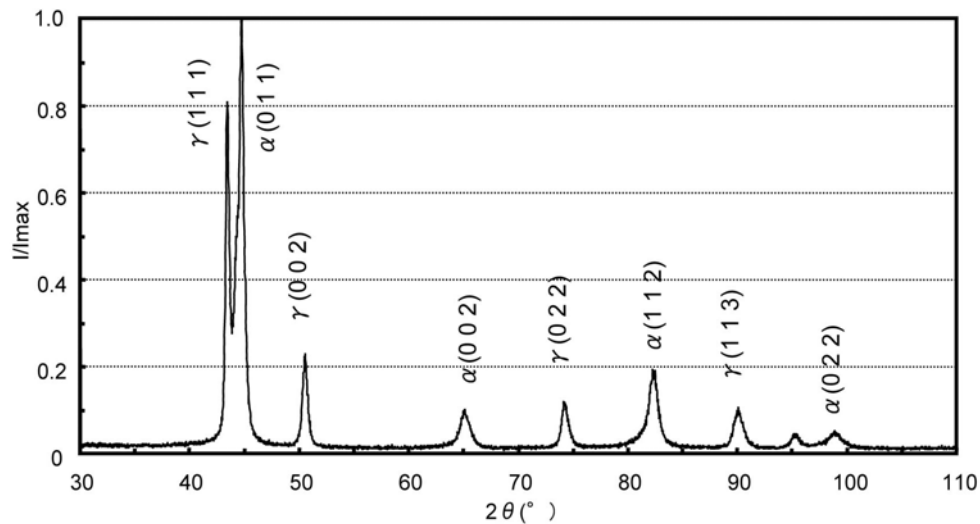


Fig.4.6 Profile of X-ray diffraction of bainite transformed at 573K for 18ks.

4. 2. 5 残留オーステナイト中の C 量測定方法

ベイナイト変態によって得られた組織に生成したブロック状残留オーステナイトの C 量を EPMA（Electron Probe Micro Analyzer；日本電子製 JXA-8500F）を用いて測定した。熱処理後の供試鋼の観察面を研磨し、測定位置を SEM 像で決定したあと、一旦試料を取り出し、コンタミネーションを除去するために Ar イオンによりスパッタクリーニングを実施した。加速電圧 8kV、照射電流 1×10^{-7} A、取り込み時間 2sec・points⁻¹、分析距離 17.58 μ m で特性 X 線強度を測定した。炭素の特性 X 線強度から Fig.4.7 に示した C 検量線にしたがって C 量を決定した。検量線の C 量最大値は 0.66mass%であるためこれを越える C 量については外挿により求めた。

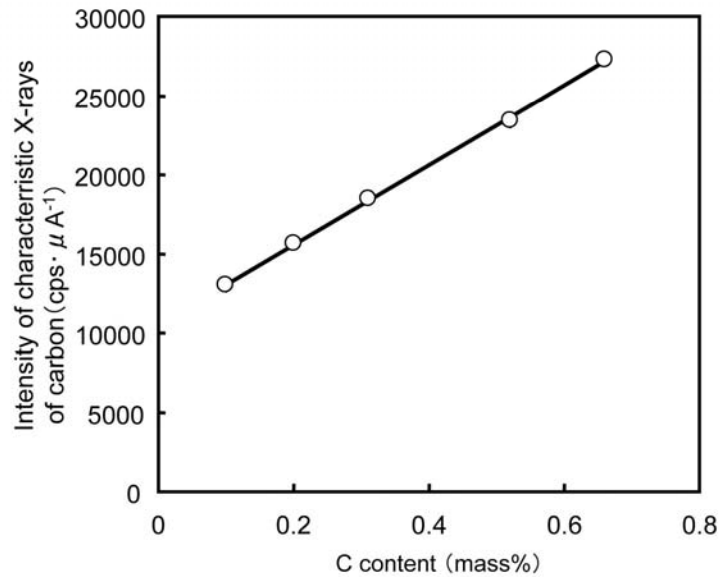


Fig.4.7 Relationship between C content and intensity of characteristic X-rays of carbon.

4. 3 実験結果

4. 3. 1 ベイナイト変態に及ぼす応力の影響

4. 3. 1. 1 変態 Kinetics に及ぼす応力の影響

ベイナイト変態に及ぼす応力の影響を明らかにするために、**Fig. 4. 4(a)**のパターンで熱処理を実施した。供試鋼の試験中のひずみ量変化を**Fig. 4. 8**に示す。4. 2. 2節で示したように、恒温変態処理温度はMs点以上、Bs点以下であるため、恒温保持中の直径方向の膨張量変化はベイナイト変態にともなう体積膨張に起因している。ベイナイト変態が等方的に起こる場合、試験片の任意方向のひずみとベイナイト体積率の間にはよい相関があることが知られている[18, 19]。

Fig. 4. 8(a)は、恒温変態処理中に4MPaの微小応力を付与したときの保持時間と熱膨張量の関係である。523K、573Kおよび623Kのいずれの保持温度においても、保持時間の増加にともないひずみ量が増大し、飽和する傾向にある。保持温度の影響に着目すると、温度が低くなるほど飽和ひずみ量が高く、ベイナイト分率が高くなる傾向がある。恒温変態温度が低くなるほどベイナイト分率が高くなる[20]ことが報告されているが、今回の結果はこれらと一致する。**Fig. 4. 8(b)**は、恒温処理温度を573Kとし、変態中の負荷応力を4~200MPaに変化させて得られた膨張量の

時間変化である。負荷応力の増大とともにひずみ量の立ち上がり、すなわち変態開始が短時間化され、飽和するひずみ量が増大する。200MPa の応力を付与したときに得られた飽和ひずみ量は、応力 4MPa のときの約 4 倍まで増大している。573K における 0.2%耐力は Fig. 4.5 に示したように 284MPa であるため、応力付与材でのひずみ量の増大は試験片の塑性変形によるものではなく、ベイナイト変態にともなう体積膨張に起因する。

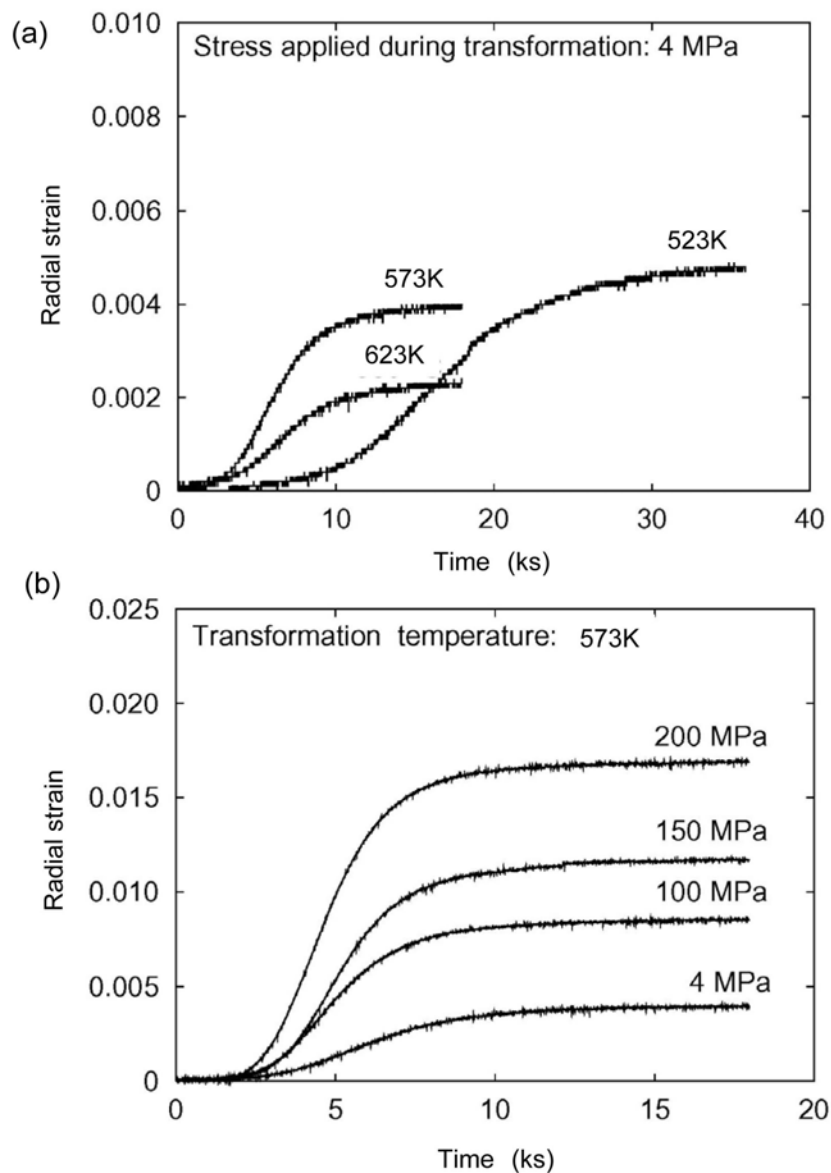


Fig.4.8 Change in radial strain associated with the bainitic transformation (a) at various transformation temperatures and (b) as a function of elastic stresses applied during transformation at 573K.

ベイナイト体積率に及ぼす変態中の負荷応力の影響を明確にする目的で、X線回折によるベイナイト体積率測定を行った。本実験で得られる組織は、ベイナイトと残留オーステナイトの二相組織であるためX線回折によりベイナイト体積率が容易に求められる。ベイナイト体積率に及ぼす付加応力の影響を Fig. 4.9 に示す。前述したように保持温度の低下によりベイナイト体積率は増加するものの、いずれの保持温度においても応力付与によるベイナイト体積率の増加は見られない。このことは、Fig. 4.8(b)で熱膨張量が大きかった結果と矛盾する。これについては後に議論する。X線回折パターンから得られたベイナイト体積率と熱膨張率の時間変化の図からベイナイト体積率の時間変化を求めた。結果を Fig4.10 に示す。恒温変態温度が 523K と 573K の場合に、200MPa の応力付与により明らかな変態加速効果が見られた。

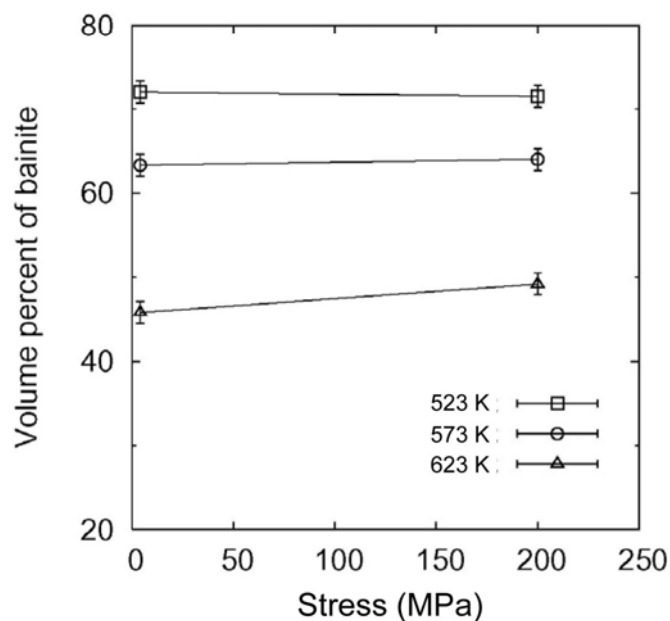


Fig.4.9 Volume percent of bainite as a function of the stress applied during the transformation, and the transformation temperature.

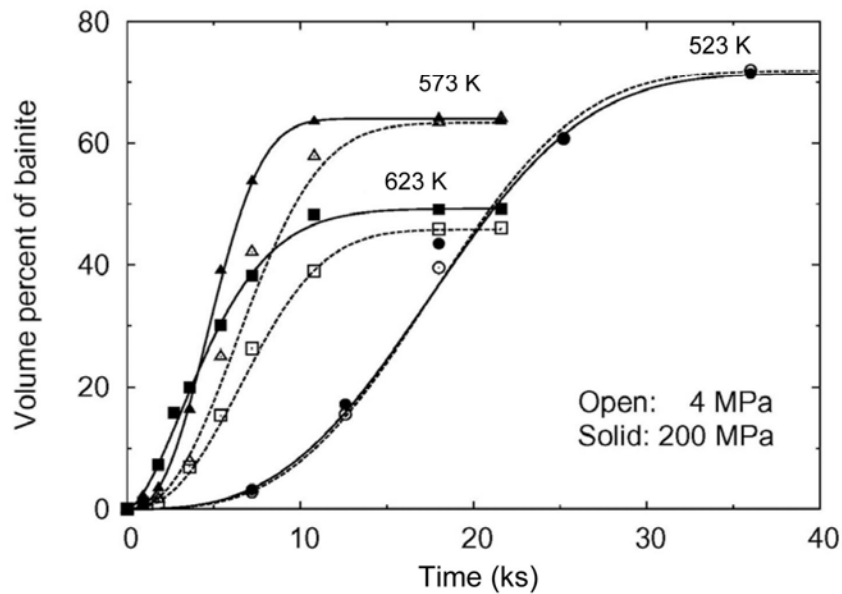


Fig. 4.10 Transformation kinetics at various transformation temperatures and stresses.

4. 3. 1. 2 バイナイト変態組織に及ぼす応力の影響

恒温変態中に付与する応力が変態組織に与える影響を明らかにするために、573K で試験片を恒温保持し、1.8ks、3.6ks および 7.2ks 保持後、組織凍結を行いバイナイトシーフの生成状況を観察した。Fig. 4.11 にそれぞれの供試鋼の光学顕微鏡観察組織を示す。写真の上下方向が応力軸方向であり、組織写真の黒い針状組織がバイナイトシーフである。応力 4MPa の 1.8ks 保持材では、少量のバイナイトシーフが応力軸に対してランダムな方向に生成し、保持時間の増加とともにこれらランダムなバイナイトシーフの面積率が増加している。一方、応力 200MPa を付与した場合、1.8ks 保持材のバイナイトシーフの面積率は 4MPa 材よりも高く、Fig. 4.10 の結果と同様に応力付与による変態促進効果が確認できる。さらに、バイナイトシーフの形態に着目すると、4MPa 材がランダムな方向に成長しているのに対して、200MPa 材ではほとんどのバイナイトシーフが応力軸に対して斜め方向に生成しており、保持時間が増大するにつれこの傾向が顕著になっている。保持温度 523K、573K および 623K でバイナイト変態が停止するまで恒温変態処理した供試鋼の金属組織を Fig. 4.12 に示す。いずれの処理においても応力 200MPa 材では応力軸に対して斜め方向に成長したバイナイトシーフを主体とした組織となっている。応力付与による

ベイナイトシーフの生成形態の差をより明確にするために、573K で恒温保持した供試鋼のフェライト結晶方位を EBSD により測定した結果を **Fig. 4. 13** に示す。200MPa 材において応力軸と斜め方向のベイナイトシーフが平行に生成していることが、光学顕微鏡組織よりも明瞭に確認することができる。応力軸に対するベイナイトシーフの成長方向の規則性を定量化する目的で、ベイナイトシーフと応力軸の角度を測定し発生頻度で整理した。測定結果を **Fig. 4. 14** に示す。応力の付与によりベイナイトシーフは応力軸に対して 40～50 度の方向に成長する傾向が見られた。523K 恒温変態材では若干分布が広がる傾向が見られるものの、いずれの温度域においても応力軸に対して 40～50 度近傍にピークを示す分布である。ベイナイト変態に及ぼす負荷応力の影響に関しては、Umemoto ら[21]や Matsuzaki ら[22]の研究がある。Umemoto らは、降伏点以下の応力はベイナイト変態には影響を及ぼさないと結論付け、Matsuzaki らは、応力軸に対して優先成長方向が存在する可能性を示している。本研究では、応力軸に対して優先成長方向が存在するため Matsuzaki らの結果と一致しており、ベイナイト変態においてもマルテンサイトと同様の特徴があることを確認した。

応力負荷によるベイナイトシーフの成長方向選択は、未変態のまま残留するブロック状残留オーステナイトの形態にも大きく影響していた。**Fig. 4. 15** に 573K 恒温変態処理材の SEM 観察組織を示す。4MPa 材ではランダムに成長したベイナイトブロックの間にブロック状の粗大な残留オーステナイトが形成されているのに対して、200MPa 材ではほとんどのベイナイトシーフが応力軸と傾斜した方向に成長しており、結果としてブロック状の残留オーステナイトの大きさが小さくなっている。ブロック状残留オーステナイトはベイナイトプレート間に生成する層状残留オーステナイトよりも C 量の濃化が少なく[13]、Ms 点が高いため、変形時に加工誘起マルテンサイト変態を生じることで機械的特性を著しく低下させることが知られている[12]。そのため、ベイナイト鋼の特性向上の観点からは、変態中の応力付与は有効な手段になりうる。

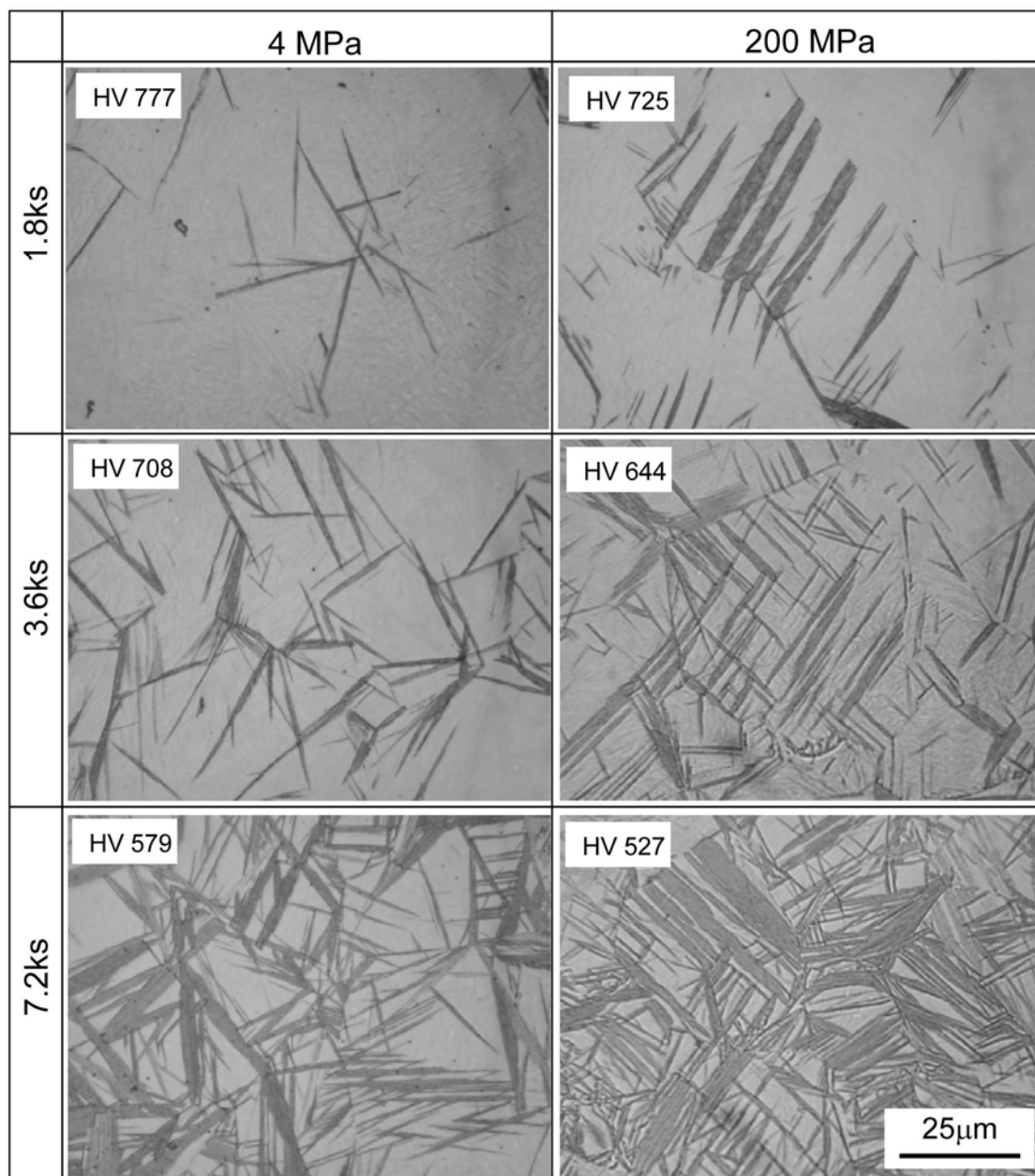


Fig. 4.11 Optical micrographs of bainitic microstructures transformed under the influence of an applied compressive stress. The stress axis is vertical in each case. The transformation temperature is 573 K.

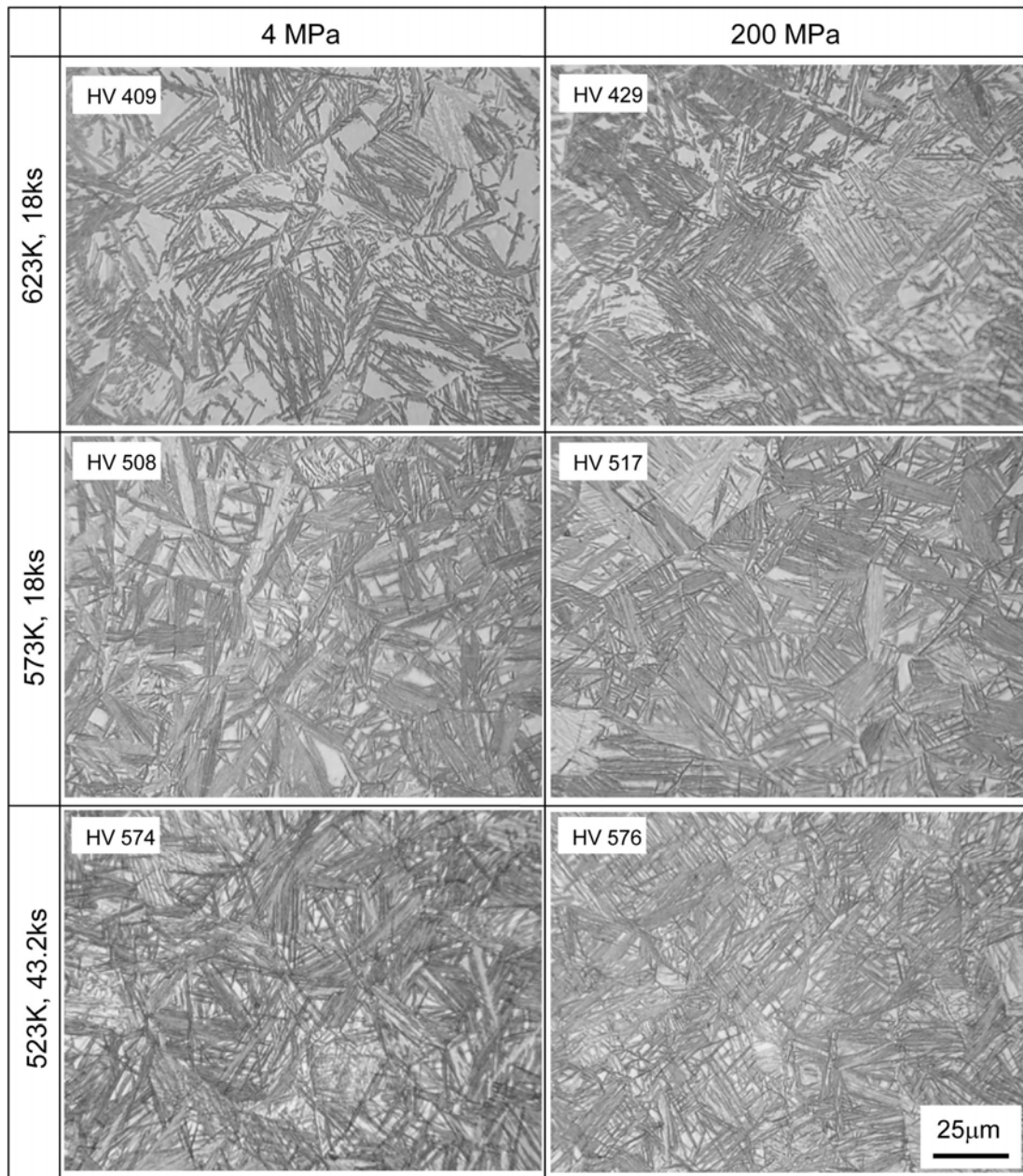


Fig. 4.12 Optical micrographs of bainite transformed under the influence of an applied compressive stress. The stress axis is vertical in each case.

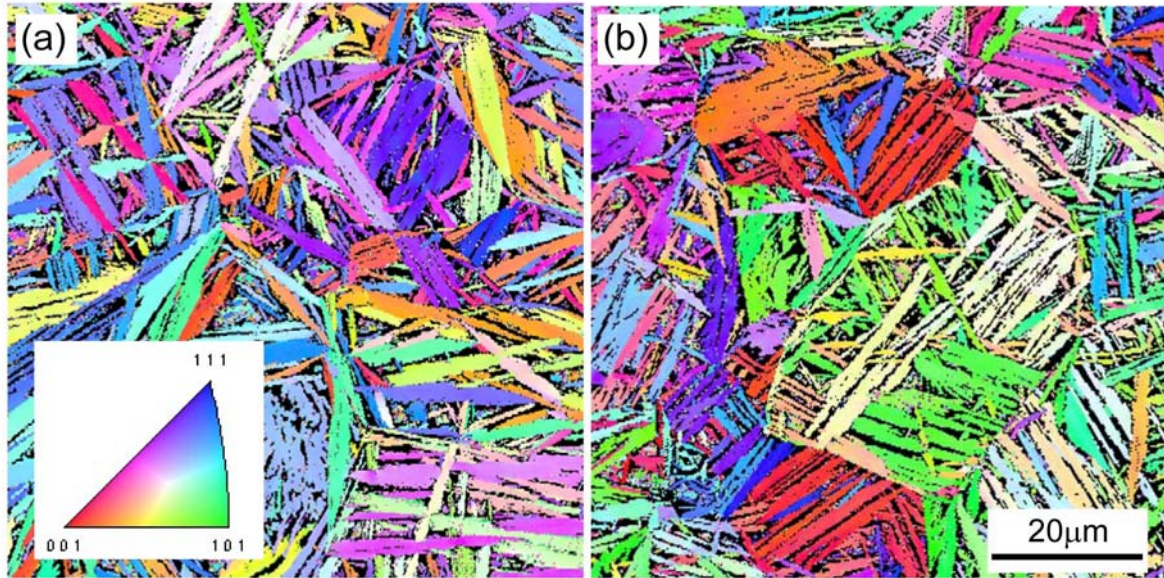


Fig.4.13 Orientation imaging maps of bainite formed at 573K for 18ks under the influence of an applied compressive stress of (a) 4 MPa and (b) 200 MPa. The stress axis is vertical in each case.

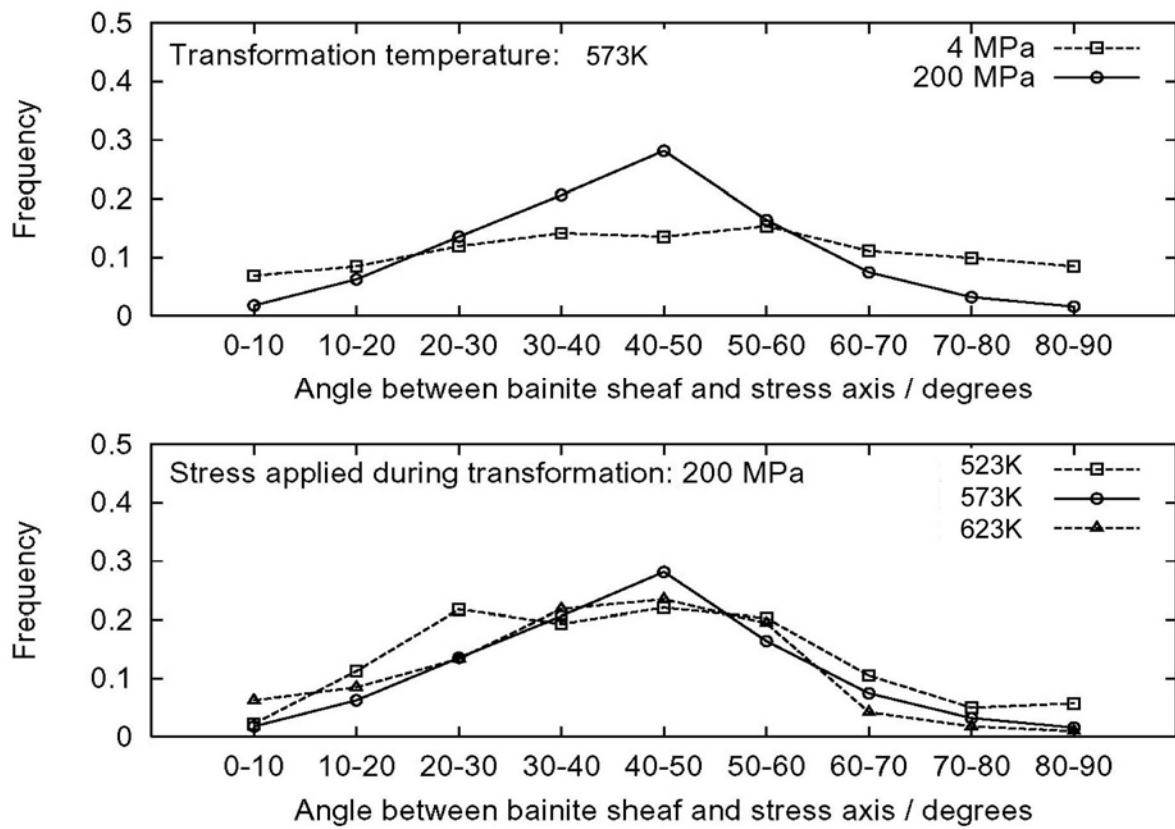


Fig.4.14 Approximate distribution of the angle of bainite sheaf traces with respect to the longitudinal axis of sample.

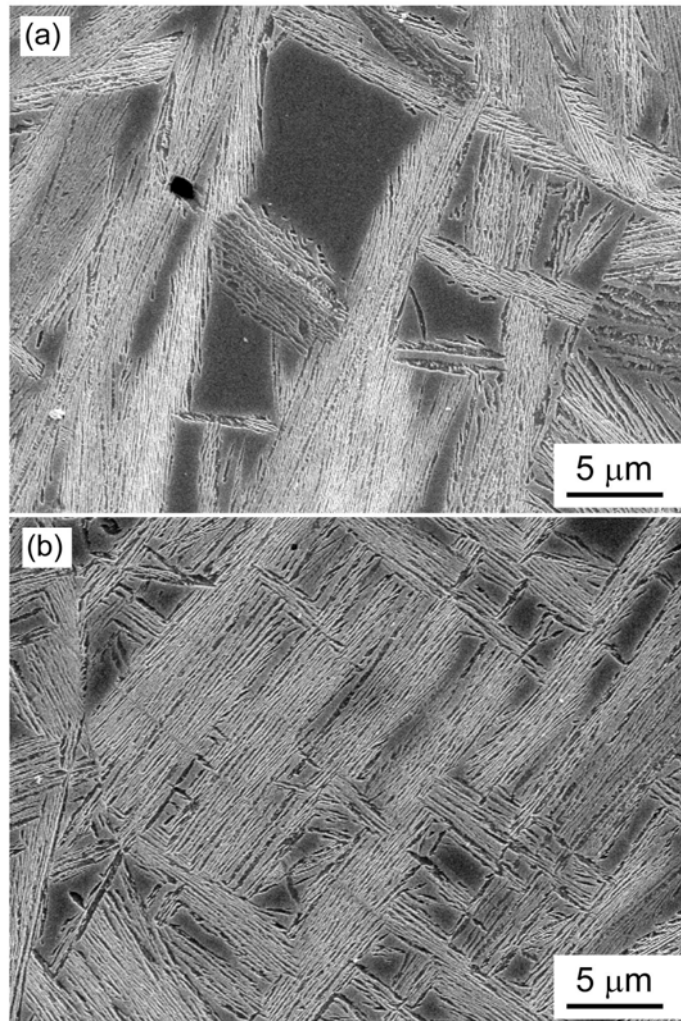


Fig. 4.15 Typical scanning electron micrographs of bainite transformed under the influence of an applied stress of (a) 4 MPa and (b) 200 MPa at 573K for 18ks. The stress axis is vertical in each case.

4. 3. 2 変態組織に及ぼす二段恒温変態処理の影響

4. 3. 2. 1 変態 Kinetics に及ぼす二段恒温変態処理の影響

一段恒温変態処理材と二段恒温変態処理材のベイナイト変態にともなう膨張量の時間変化を Fig. 4. 16 に示す。一段恒温変態処理温度が 523K、573K および 623K の場合、変態ひずみが飽和する時間、すなわちベイナイト変態が停止する時間はそれぞれ 18ks、18ks、36ks であり、これ以上保持時間を増加してもひずみ量は増加しない。一方、二段恒温変態処理材では、623K でベイナイト変態が停止するまで 18ks 保持した後、523K に保持温度を低下させる二段目の恒温変態処理を行うことで再びひずみ量が増大した。一段目の保持時間を 7.2ks とした場合、二段目におけるひずみ量は 18ks 保持材よりも高く、このことは一段目 18ks 保持材に比べて二段目の恒温変態処理で生成するベイナイト体積率が高いことを示している。一段目処理で生成する残留オー

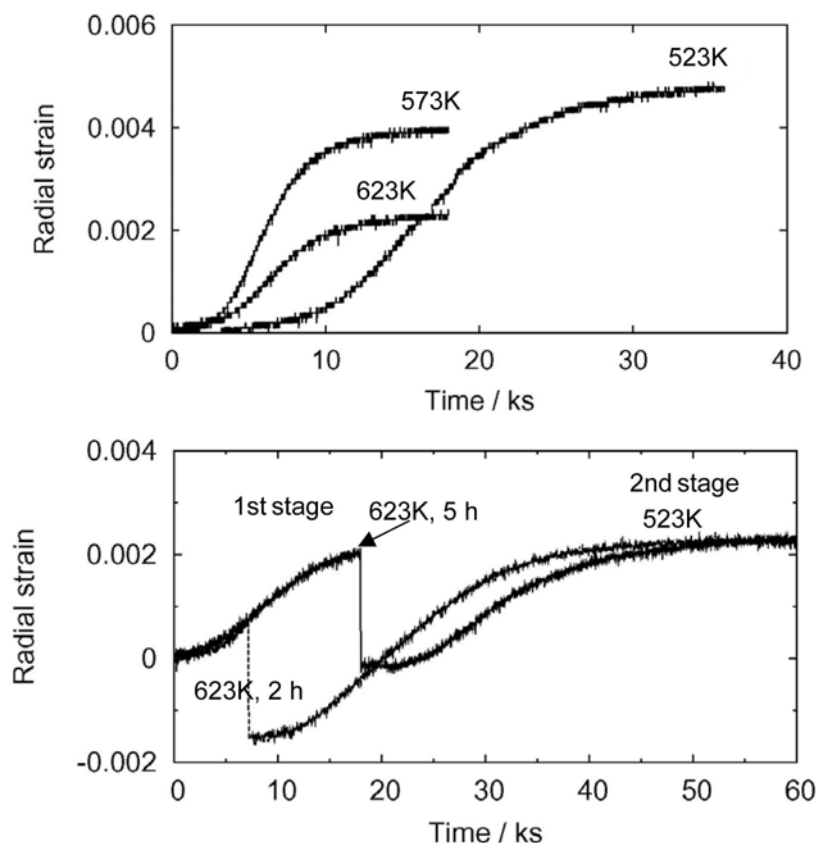


Fig. 4.16 Change in radial strain associated with the bainite transformation by (a) single-stage isothermal heat treatment and (b) two-stage isothermal heat treatment.

ステナイトの体積率は**Fig. 4. 10**の結果から、一段目 7. 2ks 保持材、18ks 保持材でそれぞれ 74%、55%である。したがって、未変態の残留オーステナイト体積率が高いほど二段目のひずみ量の増大が大きいことがわかる。

4. 3. 2. 2 ベイナイト変態組織に及ぼす二段恒温変態処理の影響

一段恒温変態処理材および二段恒温変態処理材の SEM 観察組織を **Fig. 4. 17** に示す。上段が一段恒温変態処理材、下段が二段恒温変態処理材である。2%ナイトール腐食組織の場合、ベイナイトは腐食され凹部となり、残留オーステナイトが凸部として観察される。いずれの組織もベイナイトプレートとプレート間に生成した層状の残留オーステナイトと、これらよりも大きなブロック状の残留オーステナイト（図中矢印）から構成されている。一段恒温変態処理材に着目すると、保持温度が低くなるほどベイナイトプレートと層状残留オーステナイトの幅が微細になり、ブロック状残留オーステナイトの体積率が低下している。ベイナイト変態の過冷度が大きくなるほど、すなわち恒温処理温度が低下するほど、ベイナイトプレート幅は小さくなることが知られており [23]、本実験においても同様の傾向が見られた。一方、二段恒温変態処理材は、比較的幅の広いベイナイトプレートの領域と微細なベイナイトプレートの領域で組織が構成されており、ブロック状残留オーステナイトは一段恒温変態材と比較して少なく、そのサイズも小さい。**Fig. 4. 17(e)** の A、B の領域についてさらに詳細に組織観察した結果を **Fig. 4. 18** に示す。**Fig. 4. 18(a)** は A 領域の観察結果であり、幅の広いベイナイトプレート間に残留オーステナイトが残存する組織となっている。残留オーステナイトに着目すると、幅の狭い針状の組織（図中矢印）がわずかに観察される。一方、**Fig. 4. 18(b)** は B 領域であり、領域全体が微細なベイナイトプレートと残留オーステナイトから成り、一部、小さなブロック状残留オーステナイトが観察される。**Fig. 4. 17** に示した一段恒温変態処理材の組織の組織と比較すると、**Fig. 4. 18(a)** の幅の広いベイナイト組織は**Fig. 4. 17(c)** に示した 623K 保持材に観察されたベイナイト組織と類似しており、一段目の恒温変態処理で生成したベイナイトであると推測される。また、**Fig. 4. 18(b)** の組織は **Fig. 4. 17 (a)** に示した 523K 保持材に観察された組織と類似していることから、623K の恒温変態処理で生成したブロック状残留オーステナイトから二段目の恒温変態処理によって生成

したベイナイトであると考えられる。二段恒温変態処理材を透過型電子顕微鏡（TEM）で観察した結果を **Fig. 4. 19** に示す。二段恒温変態処理材のベイナイト組織は、一段目に未変態で残留したオーステナイトから微細なベイナイトが生成していることが確認できる。このように二段恒温変態処理材では、一段目の恒温変態処理で残留したブロック状残留オーステナイトから二段目の恒温変態処理で微細なベイナイトを生成させることで粗大なブロック状残留オーステナイトの低減が図られている。ベイナイト体積率を X 線回折法で測定した結果、一段目 7. 2ks 保持材、18ks 保持材の二段恒温変態処理後のベイナイト体積率はそれぞれ 66%、62%であった。

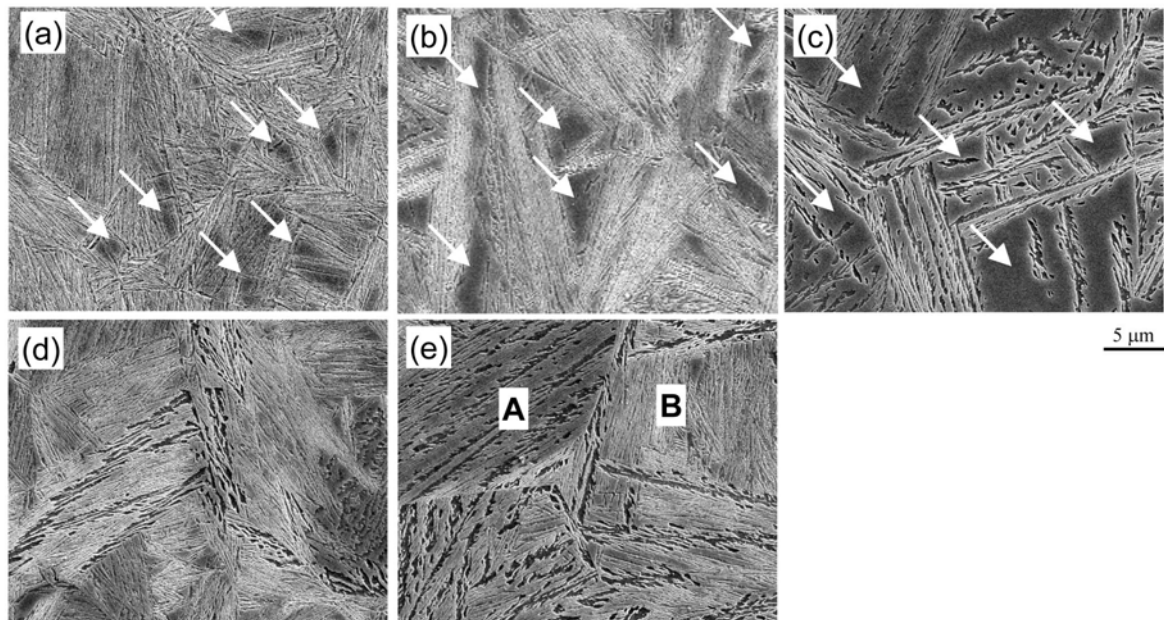


Fig. 4.17 Typical scanning electron micrographs of bainite transformed in single step isothermal heat treatment at (a) 523K, 64.8ks, (b) 573K, 18ks, (c) 623K °C, 18ks and those in two-stage isothermal heat treatment at (d) 623K, 7.2ks, (e) 623K, 18ks followed by 523K, 64.8ks.

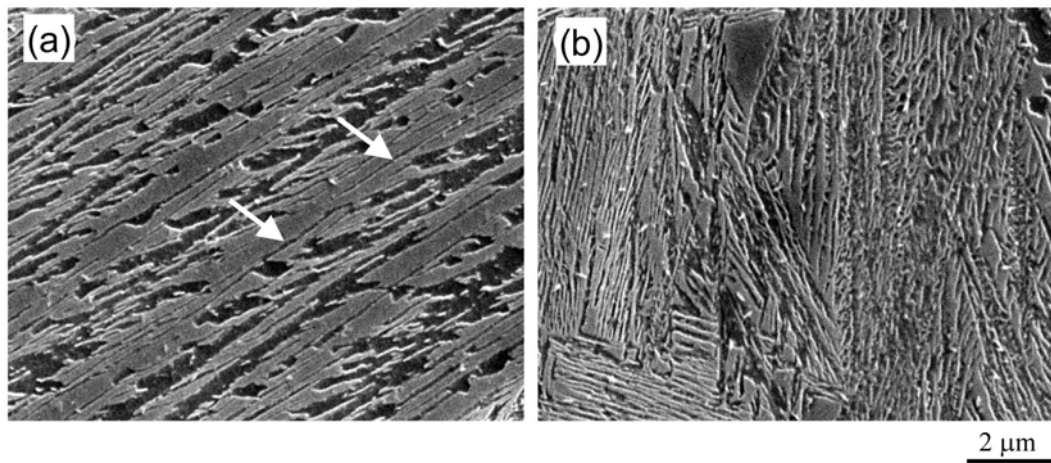


Fig. 4.18 Typical scanning electron micrographs of bainite transformed by two-stage isothermal heat treatment. (a) is enlarged in the area A in Fig.4.17(e), and (b) is enlarged in the area B in Fig. 4.17(e).

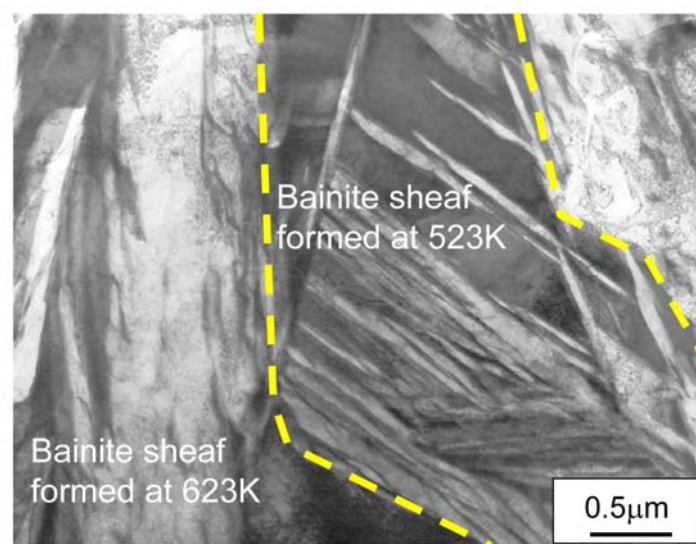


Fig. 4.19 TEM bright field image of the sample transformed in a two-stage isothermal heat treatment at 623K for 5h followed by 523K for 64.8ks.

4. 4 考察

4. 4. 1 応力下でのベイナイト変態挙動

ベイナイト変態は、Bhadeshia らにより以下に示す核生成条件および成長条件を満足する場合に起こることが示されている[24]。

$$\Delta G_m < G_N \quad (4.2)$$

$$\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha} < -G_{SB} \quad (4.3)$$

ここで、 ΔG_m : ベイナイトの核生成によって生じる最大自由エネルギー変化、 G_N : 核生成に必要な自由エネルギー差、 $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha}$: 化学組成が変化することなくオーステナイトからフェライトに変態する場合の自由エネルギー変化、 G_{SB} : ベイナイトの蓄積エネルギー、であり、 G_{SB} は $400 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1}$ である [20]。 $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha}$ には、化学組成によって決まる化学的自由エネルギー ΔG_{CHEM} と、外部応力によって決まる機械的駆動力 ΔG_{MECH} がある。マルテンサイトのようなせん断変態の場合、 ΔG_{MECH} は次式で表される [25, 26]。

$$\Delta G_{\text{MECH}} = \tau \cdot s + \sigma_N \cdot \delta = \frac{\sigma}{2} [s \cdot \sin 2\theta \cdot \cos \phi + \delta(1 + \cos 2\theta)] \quad (4.4)$$

ここで、 σ : 負荷応力、 ϕ : シアー方向と晶壁面上での負荷応力シアー方向成分との角度、 τ : 晶壁面上でのシアー応力成分、 σ_N : 晶癖面上での標準応力、 s : せん断ひずみのシアー成分、 δ : せん断変形の伸び成分、である。2次元で考える場合 $\phi = 0$ であるので(4.4)式は(4.5)式となる。

$$\Delta G_{\text{MECH}} \equiv \frac{\sigma}{2} [s \cdot \sin 2\theta - \delta(1 + \cos 2\theta)] \quad (4.5)$$

ΔG_{MECH} が最大となる条件は $\frac{\Delta G_{\text{MECH}}}{\Delta \theta} = 0$ であるため、(4.5)式は、

$$\tan 2\theta = \frac{s}{\delta} \quad (4.6)$$

となる。ベイナイト変態の場合、 $s=0.26$ 、 $\delta=0.03$ である [27-32]ため、 ΔG_{MECH} が最大となる角度は応力軸に対して $\theta \simeq 42^\circ$ となる。したがって、ベイナイト変態中に応力を付与する場合、 42° の方向に最も成長しやすいことがわかる。**Fig. 4.14** で示したように、応力下変態したベイナイトは応力軸の $40 \sim 50^\circ$ 方向に優先的に成長する傾向が見られており、ほぼ計算により見積

もった角度と一致している。広い分布を示す理由としては、供試鋼が多結晶体であることが影響していると考えられる。すなわち、本研究で用いた供試鋼は多結晶体であり、個々のオーステナイトからベイナイトに変態する際にはそれぞれ 24 通りのバリエーション選択が可能である。応力付与の影響を受けて選択可能なバリエーションの中から最も 42° に近い方位を選択しているものと考えられる[33]。

供試鋼の化学的自由エネルギーを MTDATA[34]と SGTE データベースを用いて計算し、(4.5)式によって求められる機械的自由エネルギーと比較した。結果を Fig. 4.20 に示す。変態温度が高くなるほど全自由エネルギー差に占める ΔG_{MECH} の割合が高い。図中には Umemoto[21]や Shipway[35]らの研究結果も記載している。従来、ベイナイト変態ではマルテンサイト変態のように応力付与の影響は受けないとされてきたが、これは供試鋼の降伏強さが低く大きな応力付与での実験が困難であったためと考えられる。応力付与によって ΔG_{MECH} が増大すると Bs 点も

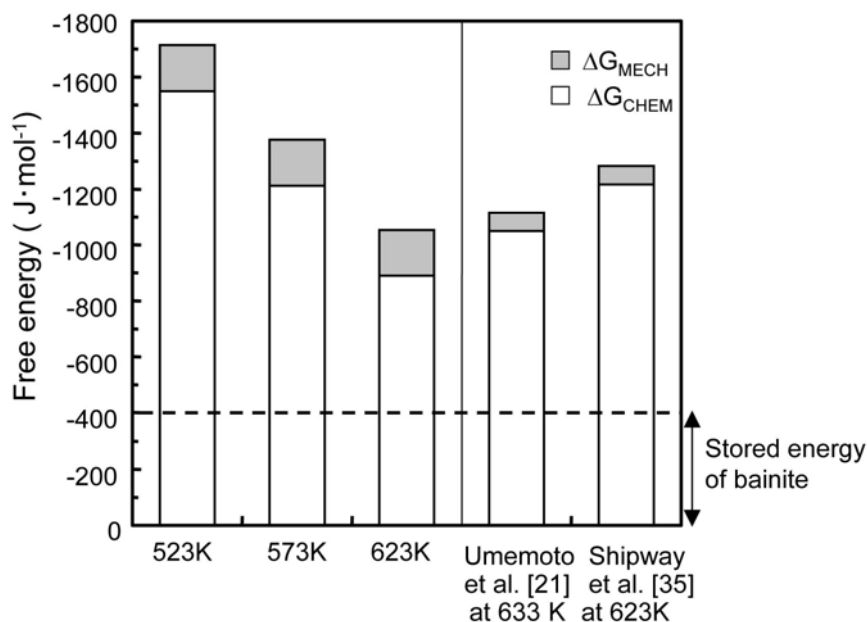


Fig.4.20 Chemical and mechanical components of the driving force for the growth of bainite.

増大する。(4.2)式、(4.3)式および(4.5)式を用いて応力 4MPa と 200MPa の場合の Bs 点を計算した。その結果、200MPa の応力付与により Bs 点の上昇は 59K であった。一方、実験結果では Bs 点は 643K から 673K に上昇しており、Bs 点の上昇は計算結果の約 1/2 であった。

4.4.2 二段恒温変態におけるベイナイト変態挙動

4.4.1 節で示したように、本研究の検討結果によればベイナイト変態はせん断型変態の特徴を有している。したがって、ここではベイナイトがせん断型変態によって成長するものとして考察する。

ベイナイト変態はその生成温度域によって大きく 2 つの形態に分類される。Fig. 4.21 にベイナイトの生成メカニズムを示す[36]。変態温度が高い場合、炭素の拡散が早く、フェライト内で炭化物が析出する前に炭素はオーステナイト中に吐き出されるため、炭素濃度が高いオーステナイトから炭化物が析出し上部ベイナイトが形成される。一方、変態温度が低い場合、炭素の拡散が遅く、炭素の一部はフェライト内に炭化物として析出し下部ベイナイトが形成される。本研究

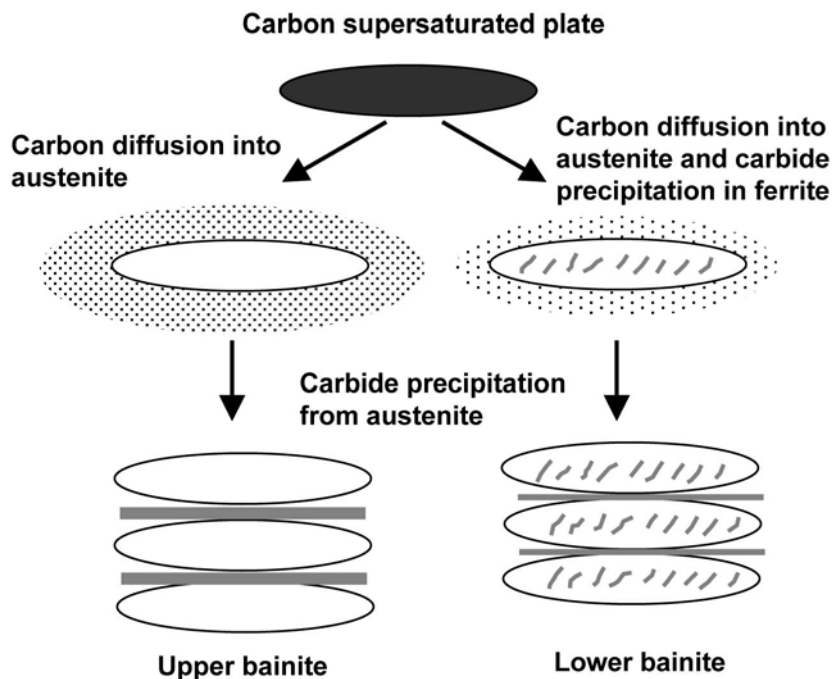


Fig. 4.21 Schematic representation of the transition from upper to lower bainite [36].

で得られた組織は、一部ブロック状残留オーステナイトが存在するものの、主たる組織はベイナイトと残留オーステナイトの層状組織であり、フェライト中には炭化物は析出していない。したがって、組織分類上は上部ベイナイトに分類される組織である。ベイナイトのサブユニットの成長機構は、Bhadeshia らによって **Fig. 4. 22** に示すようなメカニズムが提案されている[20]。まず、オーステナイト粒界から核生成したサブユニットが、周囲のオーステナイトの塑性変形によって拘束されるまで成長する。つぎに、サブユニットの先端部に新たなサブユニットが核生成・成長し、シーフが形成される。ベイナイトシーフの成長は、熱力学的に成長できなくなるまで続く。炭化物を析出しないベイナイトの場合、フェライトから排出される炭素はオーステナイト中に濃化する。そのため、ベイナイト変態は、残留オーステナイト中の炭素量 C_γ が T'_0 組成となる C 量 ($C_{T'_0}$) との間に $C_\gamma = C_{T'_0}$ が成立するまで変態し続ける。このようにベイナイト変態では、拡散変態によって生成するフェライトと異なり、 A_{e3} 点の組成になるまで変態が進行せずに、 T'_0 組成で変態が停止する。これは不完全変態現象と呼ばれている[37]。本研究で用いた供試鋼の T_0 、 T'_0 を計算した結果を **Fig. 4. 23** に示す。二段恒温変態処理の一段目は 623K で保持したため、一段目のベイナイト変態が停止した時点でのオーステナイト中の炭素量は A 点の組成 (1.07wt%) となる。次に、二段目の恒温処理では残留オーステナイトの組成は B 点となり、523K における

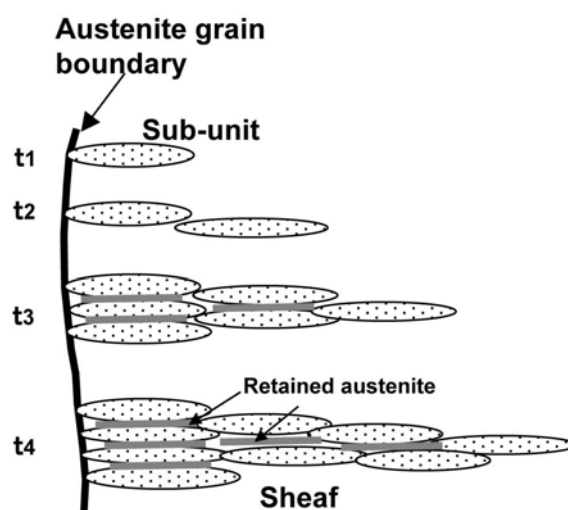


Fig. 4.22 Schematic illustration showing variety of stages for development of microstructure [20].

T'_0 組成 (C 点、1.4wt%) となるまで再びベイナイト変態が起こる。したがって、Fig. 4.16 において変態ひずみの増加が二段階で生じたのは、一段目の O-A 間、二段目の B-C 間、でのベイナイト変態に起因する。恒温変態温度とベイナイト体積率の関係を Fig. 4.24 に示す。ここで、二段恒温変態処理材は二段目の温度である 523K にプロットした。熱力学的には Fig. 4.23 に示したように一段恒温変態、二段恒温変態いずれの場合においても変態が停止するオーステナイト中の C 量は同じであるため、この原理よりベイナイト体積率も同一となるはずである。しかし、X 線回折によるベイナイト体積率測定結果では、523K の一段恒温保持材のベイナイト体積率が 72%であったのに対して、二段恒温保持材のベイナイト体積率は 62%であり、10%の差が見られた。Fig. 4.18 と Fig. 4.19 に示したように一段目の熱処理で生成したブロック状残留オーステナイトからは二段目の熱処理で微細なベイナイトが生成していたが、一段目の熱処理で生成した層状残留オーステナイトからは微細なベイナイトはほとんど生成していなかった (例えば、

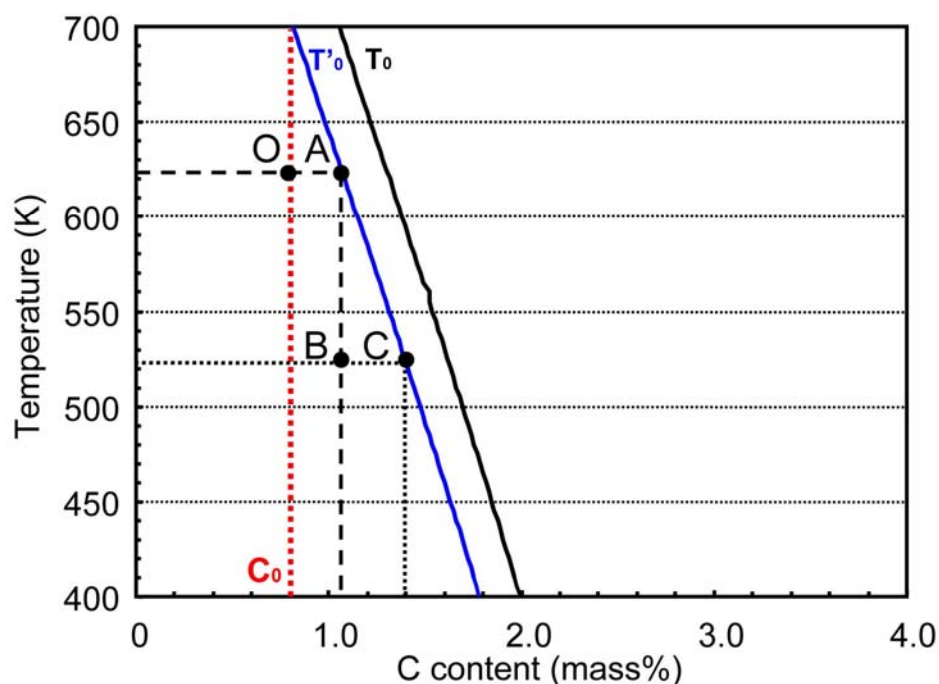


Fig. 4.23 Calculated phase diagram of the steel examined. T_0 curve represents the maximum carbon content of austenite after the bainite transformation. T'_0 also represents the maximum carbon content of austenite calculated by considering the stored energy of ferrite.

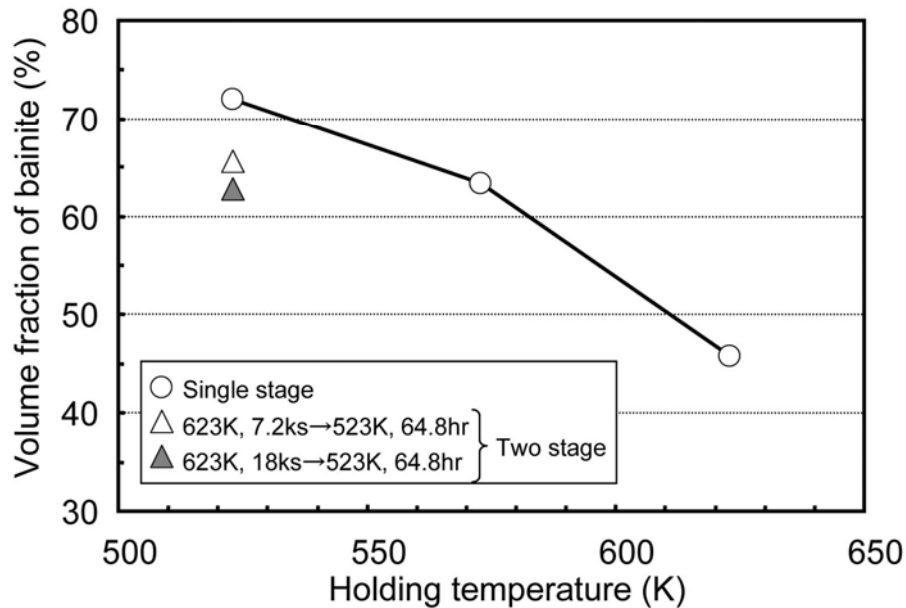


Fig. 4.24 Relationship between holding temperature and volume fraction of bainite transformed in single and two-stage isothermal heat treatment. Data of two stage samples are plotted at the temperature of the 2 nd stage.

Fig. 4.18(a)の矢印)。Takaki らは、Fe-16%Cr-10%Ni 鋼のマルテンサイト変態に及ぼすオーステナイト粒径の影響について検討し、オーステナイト粒径が小さくなるほどマルテンサイトの核生成に必要な弾性ひずみエネルギーが高くなり、生成するマルテンサイトの体積率が低下することを示している[38]。ベイナイトもマルテンサイトと同様のメカニズムで核生成すると考えられており[39]、残留オーステナイトからの核生成に関して同様の傾向があるものと推察される。Yang ら[40]は、オーステナイトが加工ひずみを有する場合に、ベイナイト変態で生成するベイナイトの体積率が低下することを示している。ベイナイトのサブユニットは周囲のオーステナイトで塑性拘束されるまで成長し続けるため[20]、残留オーステナイトは高い塑性ひずみを有すると考えられる。また、Lawrynowicz は、ベイナイト変態で生成する2種類の残留オーステナイト（層状オーステナイトとブロック状オーステナイト）中のC量に関する検討を行い、プレート間に生成する層状の残留オーステナイトの方がブロック状残留オーステナイトよりもCが濃化し熱力学的に安定化することを示している[13]。Fig. 4.25 は、一段恒温保持によって得られたベイナイト組織のEPMAによるC量のライン分析結果である。Lawrynowicz らの検討結果と同様に、

層状残留オーステナイトに比べてブロック状残留オーステナイトのC量が低いことがわかる。以上のことから、層状残留オーステナイトはブロック状残留オーステナイトと比較して、サイズが小さく、高い塑性ひずみを有し、Cの濃化が高く熱力学的に安定化しているため、二段目の恒温変態におけるベイナイト変態が抑制され、一段恒温変態材にくらべて得られるベイナイトの体積率が低くなったものと考えられる。

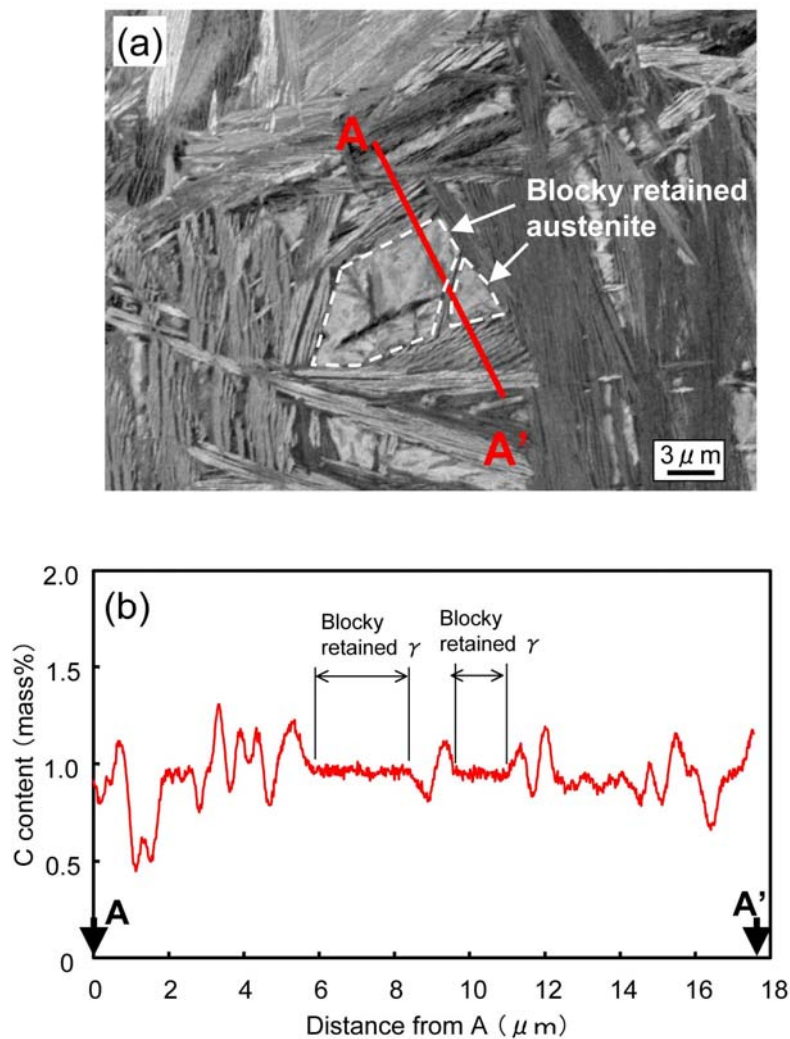


Fig. 4.25 Scanning electron micrographs of bainite transformed at 573K, 18ks in the single step isothermal heat treatment(a) and carbon distribution measured by EPMA through the region containing blocky retained austenite between A and A'(b).

4. 5 結言

高強度ベイナイトに生成するブロック状残留オーステナイトの微細化を目的として、ベイナイト変態中の応力負荷の影響および二段恒温変態での組織形成に関する検討を行い、以下の結果を得た。

(1) ベイナイト変態中に降伏点以下の応力を付加することにより、変態が促進された。これは、マルテンサイト変態と同様にベイナイト変態において付加応力が機械的駆動力として作用しているためである。

(2) ベイナイト変態中に応力を付加することにより、ベイナイトシーフに優先成長方向が現れた。応力軸に対して 40~50 度の方向に成長するベイナイトシーフの発生頻度が高く、これは機械的駆動力が最大となる晶癖面の角度が 42 度である結果とほぼ一致していた。

(3) ベイナイトシーフの成長方向が揃うことにより、ランダムにベイナイトシーフが成長する場合と比較して、ブロック状残留オーステナイトが低減し、そのサイズも低下した。

(4) 二段恒温変態処理により一段目に生成した残留オーステナイトから再びベイナイト変態が起こり、二段目の恒温保持後には粗大な残留オーステナイトがほとんど残留していなかった。

(5) 二段目の恒温保持において、ブロック状残留オーステナイトからはベイナイト変態が起こっていたのに対して、層状残留オーステナイトからの変態はわずかであった。そのため低温一段恒温変態で得られる組織よりも 2 段恒温変態で得られるベイナイト体積率は低値であった。

(6) 高 Si 鋼のベイナイト変態で生成する粗大なブロック状残留オーステナイトの生成を抑制するためには、変態中の応力負荷および二段恒温処理が有効であることを見出した。

参考文献

- [1] 石崎哲行, 白神哲夫, 三瓶哲也, 松本和明 : CAMP-ISIJ, Vol. 5 (1992), pp. 793-796
- [2] 佐藤謙二, 大和田能由, 福田耕三, 江口豊明 : CAMP-ISIJ, Vol. 5 (1992), pp. 797-800
- [3] 岩間直樹, 津崎兼彰, 牧正志, 野村一衛, 花井義孝, 山本俊郎 : CAMP-ISIJ, Vol. 5 (1992), pp. 801-804
- [4] 勝亦正昭, 松本修, 石山治, 井上毅, 中村守文, 松島義武, 中谷良行 : CAMP-ISIJ, Vol. 5 (1992), pp. 805-808
- [5] 子安善郎, 鈴木信一, 篠崎浩, 坂口聡, 石井伸幸 : 鉄と鋼, Vol. 71, No. 13 (1985), S1527
- [6] 千葉貴世, 池下庄三, 小林一博, 佐藤紀男 : Sanyo Technical Report, Vol. 1, No. 1 (1994), pp. 24-27
- [7] 子安善郎, 鈴木信一, 篠崎浩, 坂口聡, 石井伸幸 : 製鉄研究, Vol. 320 (1986), pp. 20-27
- [8] 松本和明, 鈴木伸一, 田川寿俊 : 鉄と鋼, Vol. 73 (1987), S456
- [9] 「自動車用材料の経済性に係わる諸要因の調査研究報告書」, 財団法人 機械新興協会 経済研究所, 委託先 社団法人 日本鉄鋼協会 (平成 8 年 2 月), pp. 82-109
- [10] 例えば, V. F. Zackay, E. R. Parker, D. Fahr, and R. Busch: Trans. ASM, Vol. 60 (1967), p. 252
- [11] F. G. Caballero, H. K. D. H. Bhadeshia, K. J. A. Mawella, D. G. Jones, and P. Brown: Mater. Sci. Technol., March 2002, Vol. 18, pp. 279-284
- [12] C. Garcia-Mateo, F. G. Caballero, and H. K. D. H. Bhadeshia: ISIJ Int., Vol. 43 (2003), No. 8, pp. 1238-1243
- [13] Z. Lawrynowicz: Mater. Sci and Technol., Vol. 18 (2002), pp. 1322-1324
- [14] W. C. Leslie : 鉄鋼材料学, 丸善(1985), p. 149
- [15] W. S. Owen: Trans. Am. Soc. Met., Vol. 46 (1954), p. 812
- [16] H. K. D. H. Bhadeshia: in 'Materials algorithms project', www.msm.cam.ac.uk/map/steel/programs/mucg73.html
- [17] J. Durnin and K. A. Ridal: Journal of the Iron and Steel Institute, Jan 1968, pp. 60-67

- [18] H. K. D. H. Bhadeshia, S. A. David, J. M. Vitek, and R. W. Reed: *Mater. Sci. Technol.*, Vol.7 (1991), pp.686-698
- [19] A. Matsuzaki, H. K. D. H. Bhadeshia, and H. Harada: *Acta Metall. Mater.*, Vol.42 (1994), pp.1081-1090
- [20] G. I. Rees and H. K. D. H. Bhadeshia: *Mater. Sci. Technol.*, Vol.8 (1992), pp.985-993
- [21] M. Umemoto, S. Bando and I. Tamura: *Proc. Int. Conf. on 'Martensitic transformation'* (1986), Jpn. Inst. of Metals, pp.595-600
- [22] A. Matsuzaki, H. K. D. H. Bhadeshia, and H. Harada: *Acta Metall. Mater.*, Vol.4 (1994), pp.1081-1090
- [23] S. B. Singh and H. K. D. H. Bhadeshia: *Mater. Sci. Eng. A*, Vol.A245 (1998), pp.72-79
- [24] H. K. D. H. Bhadeshia: *Acta Metall.*, Vol.29 (1981), pp.1117-1130
- [25] J. R. Patel and M. Cohen: *Acta Metall.*, Vol.1(1953), pp.531-538
- [26] C. L. Magee and H. W. Paxton: *Trans. metall. Soc. A.I.M.E.*, Vol.242 (1968), p.1741
- [27] B. P. J. Sandvik: *Metall.*, Trans. A, 13A (1982), pp.777-787
- [28] C. M. Wayman and H. K. D. H. Bhadeshia: in '*Physical metallurgy*', 4th edn (eds R. W. Cahn and P. Hassen), pp.1507-1554 (1983), North Holland, Elsevier
- [29] H. K. D. H. Bhadeshia: "*Bainite in steels*", 2nd edn, (2001), London, Institute of Materials.
- [30] T. Ko and S. A. Cottrell: *J. Iron Steel Inst.*, Vol.172(1952), pp.307-313
- [31] K. Tsuya: *J. Mech. Eng. Lab. Jpn.*, Vol.2 (1956), p.20
- [32] E. Swallow and H. K. D. H. Bhadeshia: *Mater. Sci. Technol.*, Vol.11 (1995), pp.109-111
- [33] S. Kundu, K. Hase, and H. K. D. H. Bhadeshia: "*Crystallographic Texture of Stress-affected Bainite*", *Proceedings of Royal Society A*, 463, pp.2309-2328
- [34] MTDATA: '*Phase diagram calculation software*', National Physical Laboratory, Teddington, UK 2003.
- [35] P. H. Shipway and H. K. D. H. Bhadeshia: *Mater. Sci. Eng. A*, Vol.201A (1995), pp.143-149

- [36] M. Takahashi and H. K. D. H. Bhadeshia: *Mater. Sci. Technol.*, Vol.6 (1990), pp.592–603
- [37] H. K. D. H. Bhadeshia and A. R. Waugh: *Acta Metall.*, Vol.30 (1982), pp.775–784
- [38] S. Takaki, K. Fukuknaga, J. Syarif, and T. Tsuchiyama: *Materials Transactions*, Vol.45, No.7 (2004), pp.2245–2251
- [39] H. K. D. H. Bhadeshia: *Bainite in Steel* 2nd ed., The University Press, Cambridge (2001), pp.130–140
- [40] J. R. Yang, C. Y. Huang, W. H. Hsieh, and C. S. Chiou: *Materials Transaction*, Vol. 37, No.4 (1996), pp.579–585

第5章 微細組織を有する非調質鋼の引張特性

5.1 緒言

機械構造部品に使用される熱間鍛造用非調質鋼の降伏強さ向上を目的として、第2章～第4章では、降伏強さ向上に好適な組織の造り込み方法について検討した。すなわち、第2章では、0.1mass%C 鋼に Cu の粒界偏析現象を利用することで、急冷処理を必要とすることなく過冷オーステナイトを得た。さらに、過冷オーステナイトの加工中に発現する動的変態および動的再結晶を利用することで、従来の温間鍛造で問題となっていた変形抵抗の増大を抑制し、平均粒径 $2.1\ \mu\text{m}$ の微細粒フェライト組織を得た。第3章では、中炭素マルテンサイトを出発組織とした温間加工による微細組織鋼の造り込みを検討し、従来よりも低いひずみ量で動的再結晶を発現させることにより炭化物の分散した平均粒径 $0.5\sim 0.8\ \mu\text{m}$ の微細フェライト粒組織を得た。また、第4章では、0.8mass%C 鋼に Si、Mn、Cr、Mo、Co などの合金元素を添加した高強度ベイナイト鋼の残留オーステナイト形態制御の観点から、変態中の応力付加および多段恒温変態を検討し、延性に有害なブロック状残留オーステナイトの低減が可能であることを示した。

本章では、第2章～第4章で得られた結果をもとに、熱間鍛造用中炭素非調質鋼の降伏強さを改善するためのプロセスを提案するとともに、提案プロセスを模擬した熱加工パターンを実験室レベルで再現し、得られた鋼の降伏強さの向上効果を検証する。なお、微細フェライト粒組織造り込みプロセスについては、第2章と第3章の両方で検討したが、ここでは、最も微細なフェライト組織が得られた第3章の検討結果を反映させることとする。また、第4章で検討した高強度ベイナイトのブロック状残留オーステナイトの制御については、応力下での変態と二段恒温変態のうち、実プロセスでの適用が容易な二段恒温変態を行い、評価した。

5.2 熱間鍛造プロセスの提案

第3章および第4章の研究結果を反映して計画した熱間鍛造プロセスを、調質プロセスと比較して Fig. 5.1 に示す。Fig. 5.1(a) は、部品全体ではなく、降伏強さを高める必要のある部位のみを強化する傾斜機能熱間鍛造品を非調質で製造することを想定したプロセスであり、熱間鍛造中に部分冷却-部分温間鍛造を行うことで微細粒組織を造り込む[1]。部分強化を実現する方法と

して、例えば、熱間鍛造後に部分焼入れする方法が長谷ら[2]によって発明されている。これは、強化が必要な部位を、マルテンサイト変態開始温度 (M_s 点) 以下の温度まで急冷することで、局部的にマルテンサイト組織を造り込み、内部の保有熱によって A_{c3} 点以下の温度に自己焼戻しさせることで高強度部品を得る技術である。Fig. 5.1(a) は、この技術をさらに発展させて、自己復熱後に温間鍛造を行うことでマルテンサイト組織を出発とした加工 (第 3 章) により微細フェライト粒組織を造り込み、降伏強さを向上させる。熱間鍛造後の部品の一部に温間鍛造を適用するため、従来の温間鍛造で問題となっていた変形抵抗の大幅増加は生じない。Fig. 5.1(b) は、熱間鍛造後に二段恒温変態を行うことでブロック状残留オーステナイトの生成を抑制し (第 4 章)、高強度ベイナイトの降伏強さを向上させるプロセスである。いずれも Fig. 5.1(c) に示した調質プロセスのように、熱間鍛造前の加熱を行った後に、再加熱処理を伴わないプロセスである。以下に、これらのプロセスを模擬した実験室検討を行い、降伏強さの向上効果を検討した結果を示す。

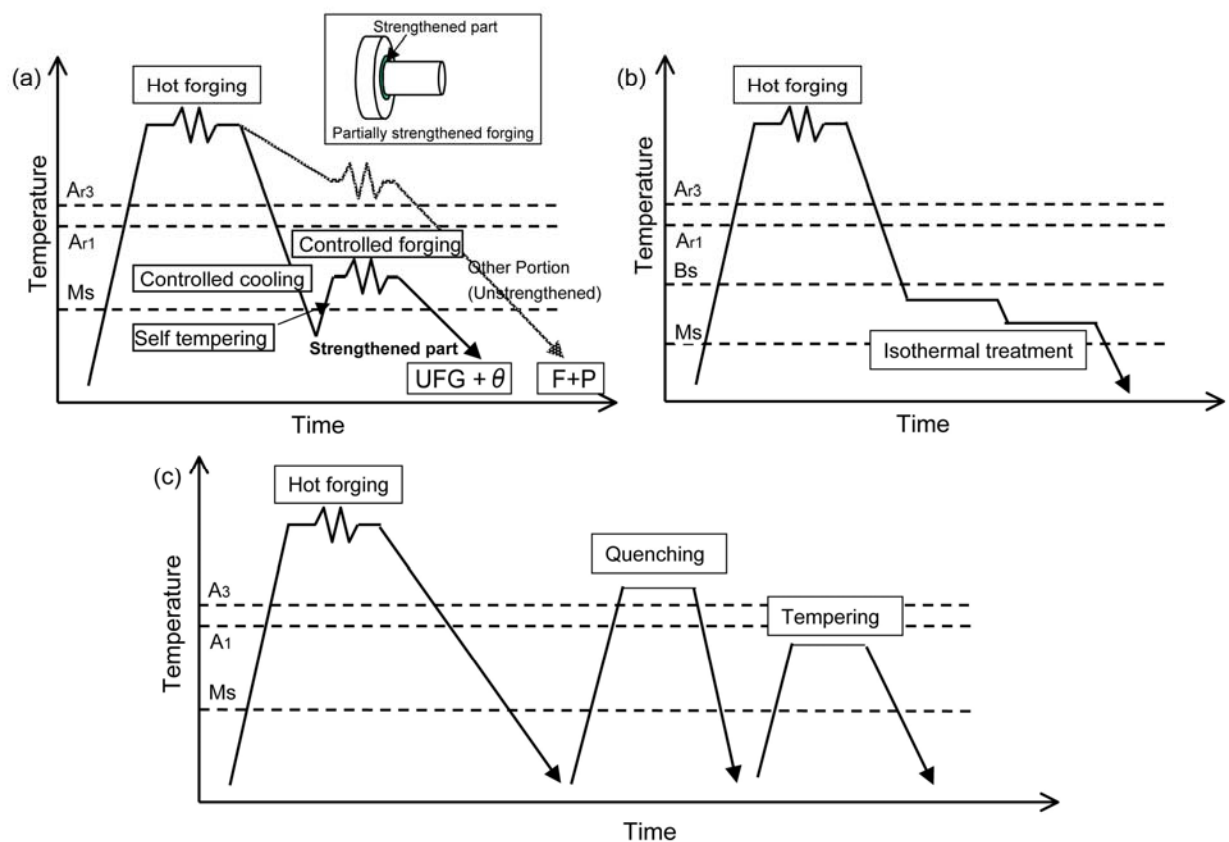


Fig.5.1 Schematic illustrations of newly developed hot forging processes (a), (b) and conventional quench-tempering process (c).

5. 3 実験方法

5. 3. 1 供試鋼

供試鋼の化学組成を **Table 5.1** に示す。Steel A および Steel B は熱間鍛造部品に一般的に用いられている JIS G4051 機械構造用炭素鋼 S45C および S58C をベース組成として、焼入れ性を向上させる目的で Mn 量を通常の 0.8mass% から 1.5mass% に高めた鋼である。いずれも 100kg 真空溶製鋼であり、溶解後のインゴットを 1273K で 3.6ks 加熱した後、熱間鍛造により直径 40mm の丸棒に加工し、その後 1523K で 36ks 保持する均質化処理を行った。丸棒を 1123K、3.6ks のノルマライジング処理したのち、直径 8mm、長さ 12mm の圧縮試験片に加工し試験に供した。Steel C は、高強度ベイナイト鋼[3]であり、ベイナイト変態開始温度 (Bs 点) を調整するために C、Mn、Cr、Mo を適量添加し、恒温変態処理における変態促進を目的として Al、Co を添加した上で、さらに変態後の組織がベイナイトと残留オーステナイトの二相組織となるように炭化物の生成抑制効果のある Si[4, 5]の含有量を高めた鋼である。供試鋼は、50kg 真空溶製鋼であり、1473K に加熱後、40mm 厚の鋼板に熱間圧延し、1473K で 172.8ks の均質化処理を行った後、直径 5mm、標点間距離 25mm の引張試験片に加工し、熱処理に供した。切削加工に起因した加工誘起マルテンサイト変態によって、残留オーステナイトが脆弱なマルテンサイトとなり引張特性に影響する可能性があるため、これを回避するために引張試験片に加工した後に恒温変態処理を行った。

Table 5.1 Chemical compositions of the steels examined.

	(mass%)									
	C	Si	Mn	P	S	Al	Mo	Cr	Co	Ms
Steel A	0.44	0.26	1.50	0.013	0.012	0.029	-	0.20	-	573K
Steel B	0.59	0.26	1.53	0.013	0.011	0.030	-	0.21	-	513K
Steel C	0.79	1.56	1.98	0.002	0.002	1.01	0.24	1.01	1.51	398K

5. 3. 2 加工熱処理方法

円柱状試験片に加工した Steel A および Steel B を用いて、熱間加工再現試験装置 (Thermecmastor-Z, 富士電波工機 (株) 製) により 1×10^{-2} Torr の雰囲気中で熱間圧縮加工を行った。熱加工パターンを **Fig. 5.2** に示す。本熱加工パターンは、**Fig. 5.1(a)** に示した部分冷

却-自己複熱-温間鍛造を模擬したパターンである。供試鋼を 1323K に 60s 加熱し、 M_s 点以下まで急冷を行い、供試鋼の組織を一旦マルテンサイトとした。そして、923K に再加熱した後、ひずみ速度 $10s^{-1}$ 、圧縮率 60%の圧縮加工を行った。

予め引張試験片に加工した Steel C を、酸化を防止する目的で、石英ガラス管に Ar ガスとともに封入し、Fig. 5.3 に示す熱パターンで恒温変態処理を行った。Fig. 5.3(a) は、Fig. 5.1(b) に示した高強度ベイナイト鋼の二段恒温変態を模擬したパターンであり、Fig. 5.3(b)、(c) は、比較のために実施した一段恒温変態パターンである。恒温変態は、523K と 623K で実施し、各温度で、変態が停止するまで保持した後、引張試験に供した。

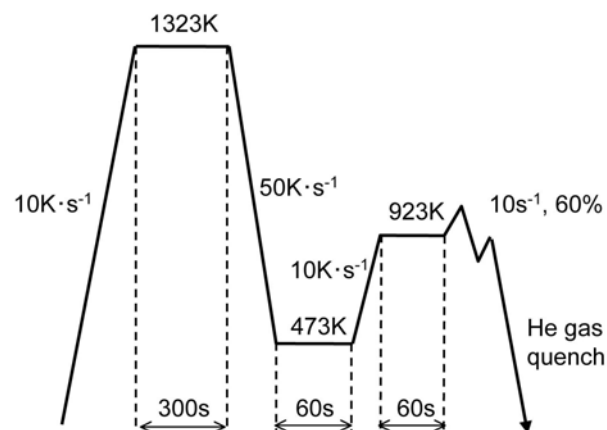


Fig.5.2 Schematic illustration of the thermomechanical treatment for producing ultra fine-grained ferrite+cementite structures.

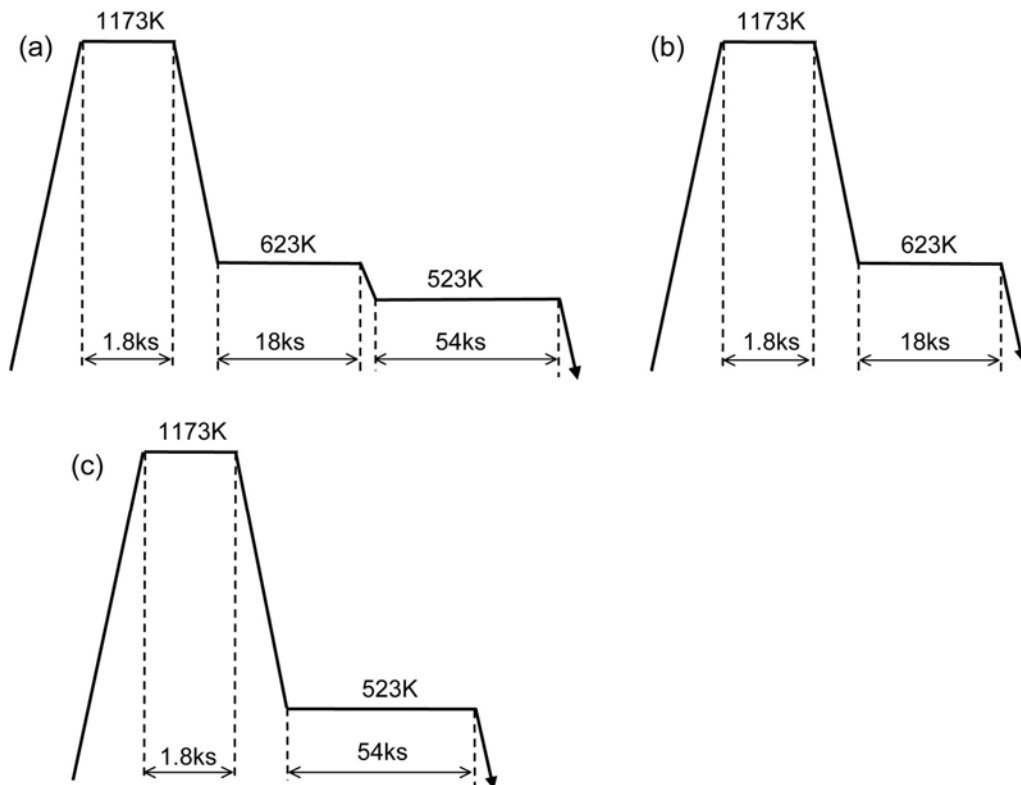


Fig.5.3 Schematic illustrations of (a) two-stage isothermal heat treatment, and (b), (c) single stage isothermal heat treatments for producing hard bainite structures.

5. 3. 3 引張試験方法

Fig. 5.4 に示す要領で、Steel A と Steel B の圧縮試験片より微小引張試験片を放電加工により切り出した後、引張試験に供した。予め FEM 解析を行い、圧縮試験片の加工ひずみが等しくなる領域が平行部（板厚 1mm×幅 1mm×長さ 3mm）となるように試験片サイズを決定した。引張試験は室温で実施し、引張速度は、降伏強さまでを $0.3\% \cdot \text{min}^{-1}$ 、破断までを $25\% \cdot \text{min}^{-1}$ とした。ひずみは試験機のカロスヘッドの変位量より算出した。

Steel C の引張試験は、標点距離 25mm の伸び計を取り付け、室温にて $0.4\% \cdot \text{min}^{-1}$ の引張速度で実施した。

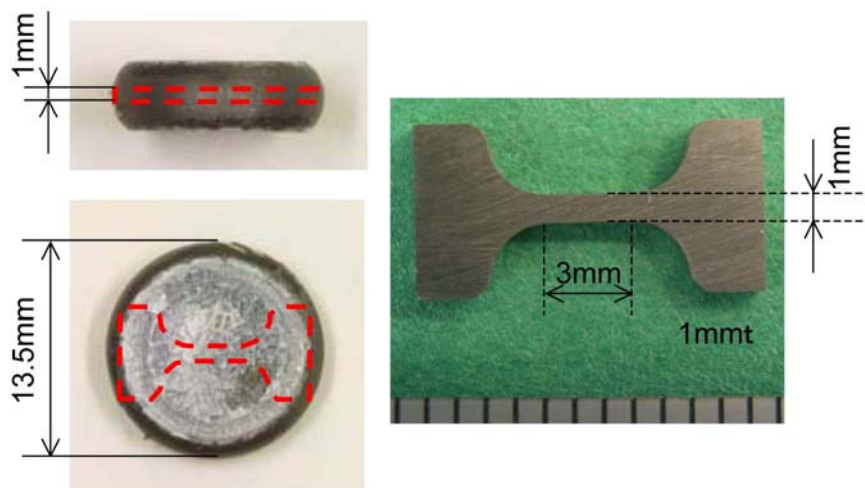


Fig.5.4 Appearance of the micro-sized tensile specimen.

5. 4 実験結果および考察

5. 4. 1 マルテンサイト温間加工により得られた微細粒鋼の引張特性

マルテンサイト温間加工材の平行部の SEM 観察組織を Fig. 5. 5 に示す。第 3 章で得られた結果と同様に、部分焼入れ自己複熱を想定した熱加工パターンにより得られた Steel A と Steel B の平均フェライト粒径は、それぞれ $0.7\mu\text{m}$ と $0.5\mu\text{m}$ であった。また、いずれの組織にも微細な炭化物が分散しており、その体積分率はそれぞれ 8. 7 % と 11. 5% であった。

Steel A と Steel B の公称応力-公称ひずみ曲線 (S - S カーブ) を Fig. 5. 6 に示す。Fig. 5. 6

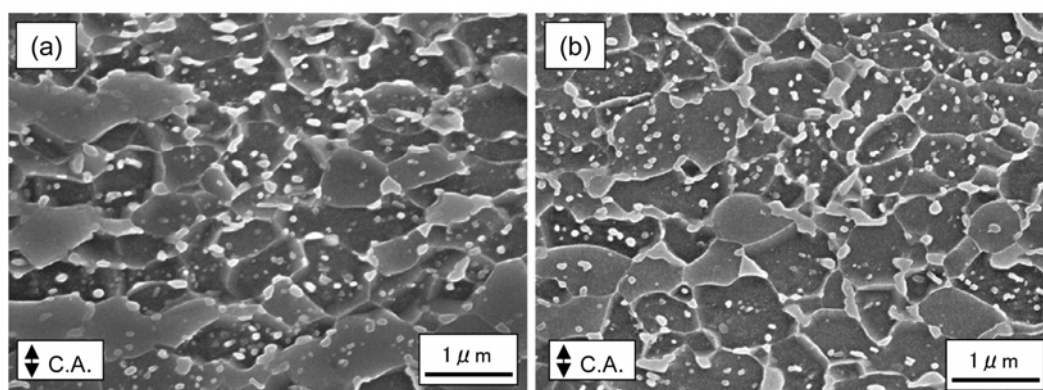


Fig.5.5 SEM micrographs of the (a) 0.45mass%C steel (steel A), and (b) 0.60mass%C steel (steel B) after deformation with a reduction of 60% in height at 923K and 10 s^{-1} .

には、比較のために引張強さがほぼ同じレベルの従来型非調質鋼（V 添加 F+P 型[6]）の S-S カーブも示した。Steel A と Steel B は明瞭な上降伏応力と下降伏応力を示す S-S カーブを示し、従来型非調質鋼はラウンドタイプの S-S カーブを示した。Steel A、Steel B の下降伏応力と降伏比はそれぞれ、865MPa、0.89 および 942MPa、0.90 であり、組織微細化により従来型非調質鋼（0.2%耐力 617MPa、降伏比 0.63）よりも高い降伏強さ、降伏比が達成されている。本研究で得られた微細粒鋼の結晶粒径と下降伏応力の関係を、従来の研究結果[7]と比較して **Fig. 5.7** に示す。0.3 μm までの微細フェライト粒の粒径と降伏強さの間には、Hall-Petch の関係が成り立つことが辻ら[8]によって明らかにされており、**Fig. 5.7** に示した従来研究結果もこれと同様の結果を示している。本研究で得られた微細フェライト粒は、従来研究結果よりも同一粒径での下降伏応力が若干高くなる傾向はみられるものの、降伏強さの結晶粒径依存性は Hall-Petch の関係にある。一般的な構造用鋼では、結晶粒微細化は延性を損なわずに強度を向上させる手段であると認識されてきたが、粒径 1 μm 以下の結晶粒では、降伏強さの増加と同時に大幅な延性低下が起こることが知られている[9]。これは、結晶粒微細化によって加工硬化が起こりにくくなるためである。その結果、(5.1) 式に示す塑性的不安定条件が引張試験の初期に達成され、くびれが生じて破断に至るため、フェライト単相鋼の場合には、均一伸びが粒径 1 μm あたりで急激に低下する[10, 11]。

$$\sigma \geq \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \quad (5.1)$$

(5.1) 式が示す通り、均一伸びの低下を抑制するためには、加工硬化を補償する必要があり、炭化物や酸化物、マルテンサイトなどの第 2 相を分散させた鋼では、超微細粒組織であっても均一伸びが向上するとの報告がなされている[12-18]。本研究では、中炭素鋼マルテンサイトを出発組織とした温間加工によって微細粒組織を得ているが、3.3.3 節で示したように加工温度に昇温する過程で微細な球状セメンタイトが析出するため、加工後には球状セメンタイトが分散した微細粒組織が得られている (**Fig. 5.5**)。 **Fig. 5.6** で示したように、高い降伏強さが得られているにもかかわらず、優れた強度-延性バランスを示すのは、中炭素マルテンサイト組織を出発組織とすることで、炭化物の析出による延性向上効果を有効に活用できた結果であるといえる。

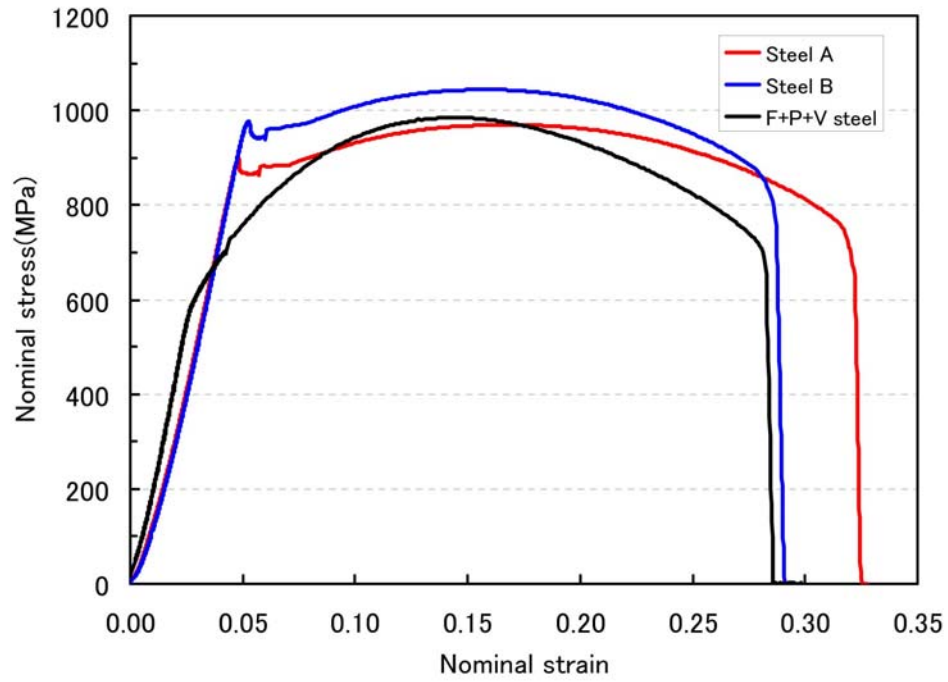


Fig.5.6 Nominal stress-strain curves of the ultra fine-grained steels obtained by warm deformation and a conventional V bearing ferrite-pearlite type non heat-treated steel.

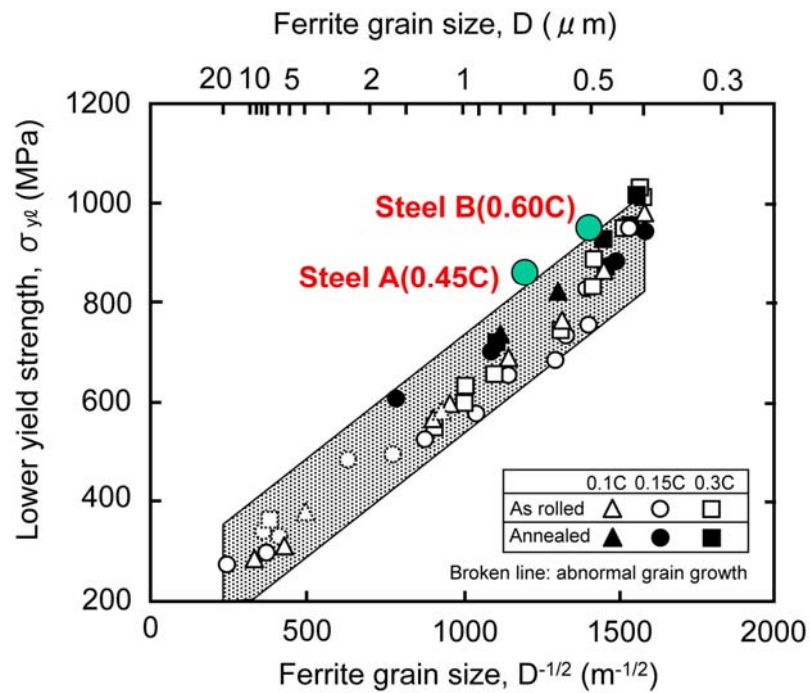


Fig.5.7 Relationship between ferrite grain size and lower yield strength[6].

5. 4. 2 二段変態により得られた高強度ベイナイト鋼の引張特性

熱間鍛造後の恒温変態により得られたベイナイト組織を Fig. 5. 8 に示す。623K の一段恒温変態によって得られた組織は、第 4 章で示したように微細なベイナイトシーフと粗大なブロック状残留オーステナイト（図中矢印）で構成されている。523K 恒温変態材では 623K 変態材よりもさらに微細なベイナイトシーフで構成された組織が得られ、ブロック状残留オーステナイトのサイズも小さくなっている。一方、二段恒温変態材は、623K で生成した粗いベイナイトシーフと 523K で生成した微細なベイナイトシーフで構成された組織であり、ブロック状残留オーステナイトはほとんど観察されなかった。

一段恒温変態材と二段恒温変態材の公称応力-公称ひずみ曲線および破断した試験片の外観を Fig. 5. 9 と Fig. 5. 10 に示す。一段恒温変態材に着目すると、変態温度の低下とともに強度が

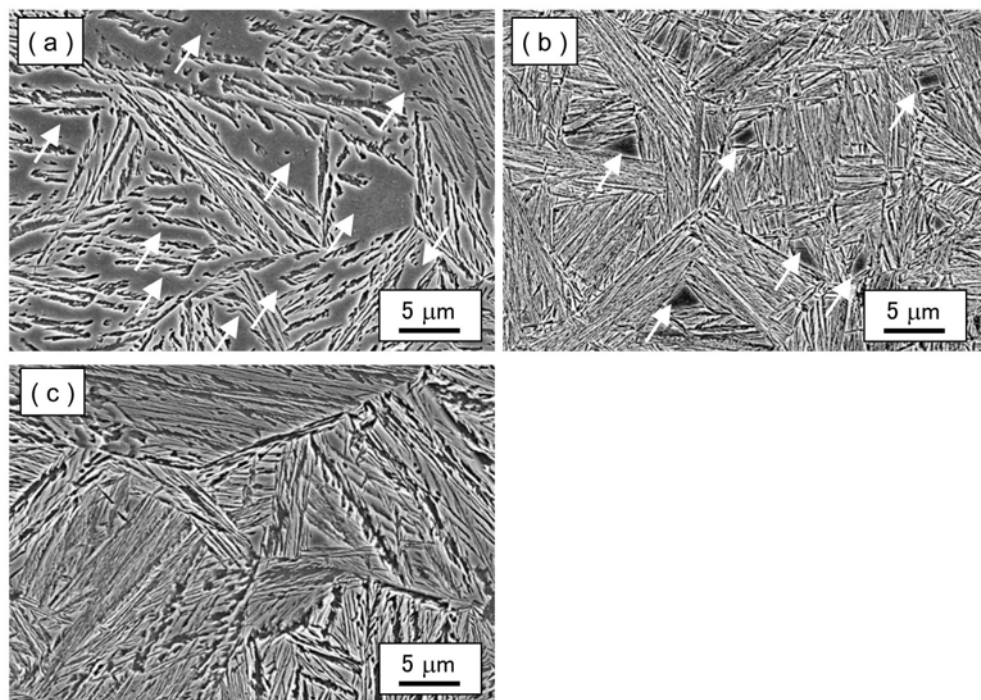


Fig.5.8 Typical scanning electron micrographs of bainite transformed in single step isothermal treatment at (a) 623K, 5h, (b) 523K, 15hr, and that in two-stage isothermal treatment at (c) 623K , 5h followed by 523K, 15h. Arrows indicate the blocky retained austenite.

上昇し、いずれも伸びが低い特徴がある。特に、粗大なブロック状残留オーステナイトが観察された 623K 恒温変態材では、応力上昇中に早期破断が起こっており、延性がほとんどなく脆性的に破断していることがわかる。一方、二段恒温変態材では、0.2%耐力 1210MPa、降伏比 0.80 の高強度でかつ降伏比が高く、さらに破断伸び 43%の非常に良好な引張特性を示した。

ブロック状残留オーステナイトは、ベイナイトシーフに形成される層状の残留オーステナイトに比べて C 量が低いため[19]、ひずみ誘起マルテンサイト変態が起こりやすい。そこで、623K 一段恒温変態材でひずみ誘起マルテンサイト変態が起こっていることを確認するために、破断試験片の破断部近傍より薄膜を採取し、TEM 観察を行った。TEM 観察結果を **Fig. 5.11** に示す。ブロック状残留オーステナイトから双晶マルテンサイトの生成が確認され、引張初期段階での破断はこれら脆弱な高炭素マルテンサイトの生成によるものと結論付けられる。引張試験中のひずみ誘起変態によって生成するマルテンサイト量は、引張試験前の残留オーステナイト量とひずみ付与後の残留オーステナイト量の差によって推定することができる。そこで、引張試験中の残留オーステナイト量の変化を調べるために、最大応力となるひずみ量を付与した試験片を別途作製し、ひずみ付与前の試験片との残留オーステナイト量変化を X 線回折により測定した。引張試験で付与したひずみ量と残留オーステナイトの変化量（＝ひずみ誘起変態した残留オーステナイト量）の関係を **Fig. 5.12** に示す。TEM 観察結果で見られたように、623K の一段恒温変態材では、0.4 程度のひずみ量で 20%の残留オーステナイトがひずみ誘起マルテンサイト変態している。一方、二段恒温変態材では、ひずみ量 0.32 においても残留オーステナイトの変化量は約 5 %であり、二段恒温変態により残留オーステナイトが安定化されていることがわかる。ひずみ量 0.32 で、引張試験を中断した二段恒温変態材の TEM 観察組織を **Fig. 5.13** に示す。白く見える部分がベイナイトプレート、黒い部分がベイナイトシーフ間に形成された層状残留オーステナイトである。多くの層状残留オーステナイトに、図中の矢印で示したような引張試験中に形成されたと考えられるくびれが多数観察されており、残留オーステナイトの安定化により、延性に富んだ組織となっていることがわかる。このように二段恒温変態材では、延性を大きく低下させるブロック状残留オーステナイトを低減することが可能であり、高い降伏比を有するベイナイト型非調質鋼を得ることができる。

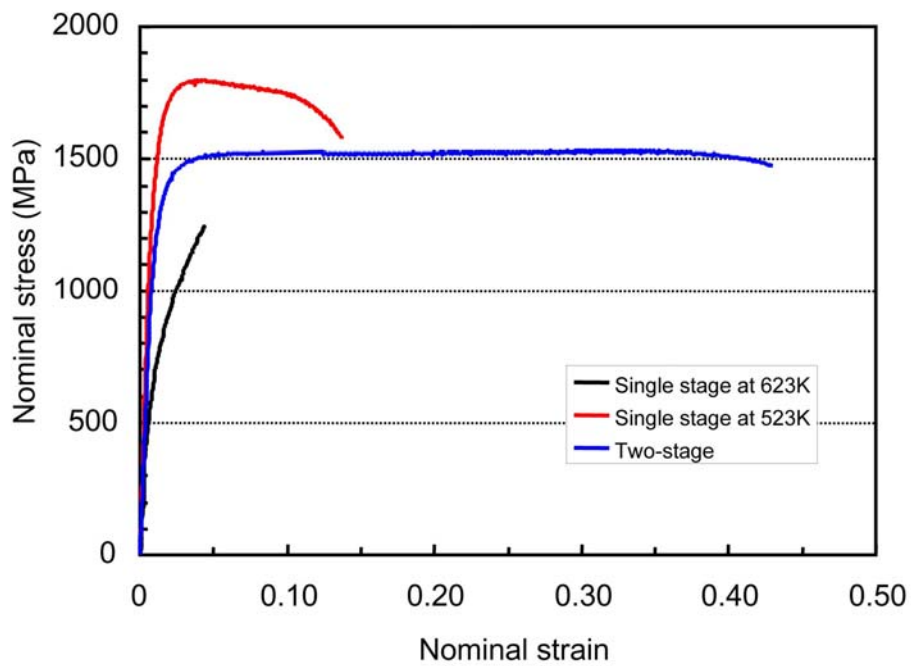


Fig.5.9 Nominal stress-strain curves of the hard bainite produced by single stage and two-stage isothermal heat treatments.



Fig.5.10 Appearances of tensile specimens after testing.

(a) single stage heat treatment at 623K, (b) single stage heat treatment at 523K, and (c) two-stage heat treatment.

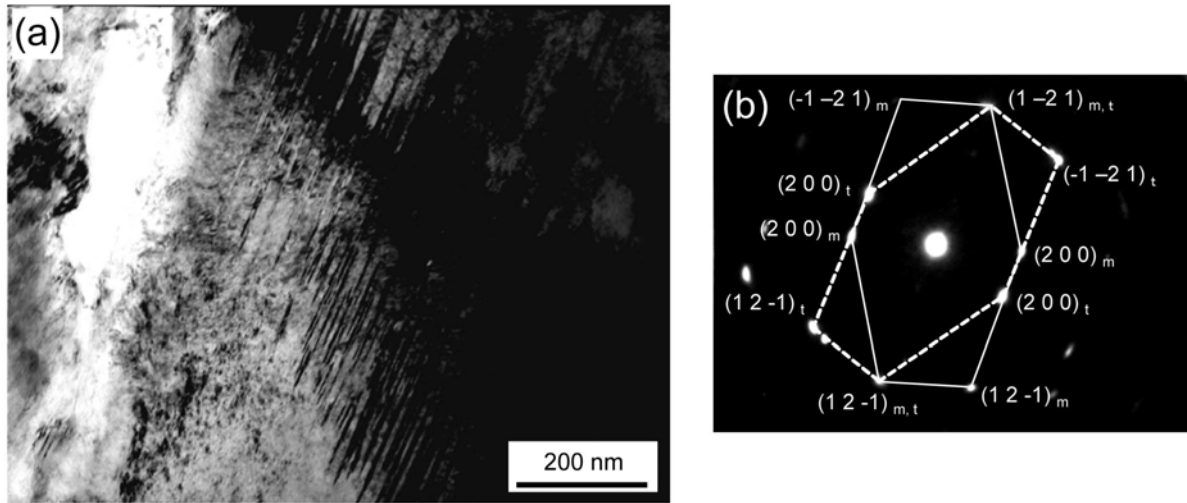


Fig.5.11 Bright field image of the blocky retained austenite (a) and diffraction pattern (b) confirming the existence of deformation induced martensite transformation. The sample was obtained from the fractured tensile specimen transformed in the single stage isothermal heat treatment at 623K.

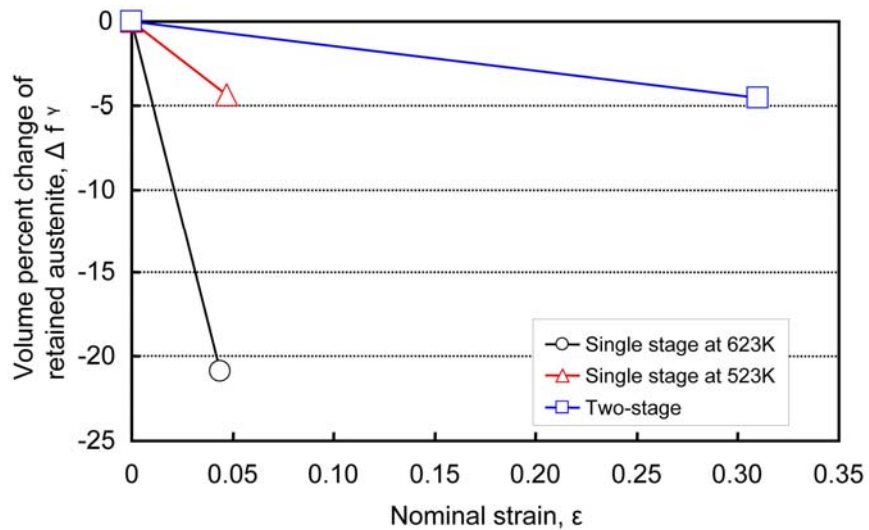


Fig.5.12 Change in volume percent of retained austenite as a function of strain applied by tensile test.

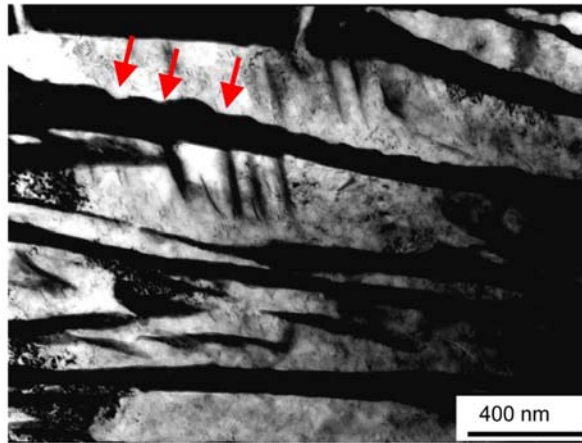


Fig.5.13 Bright field image of two-stage treated sample after tensile testing. The strain applied by tensile test was 0.32. Arrows indicate typical necking points of the retained austenite in the bainite sheaves.

5. 4. 3 従来鋼との強度特性比較

本研究では、2種類の組織微細化非調質プロセスを提案し、これを模擬した熱加工パターンで処理した鋼の引張特性を評価した。得られた微細組織鋼と高強度ベイナイト鋼の引張特性を、調質鋼および従来非調質鋼の引張強さ-降伏強さバランス[20-27]と比較して **Fig. 5. 14** に示す。図中の破線は、降伏比（YR）が一定となる引張強さ-降伏強さの関係を示しており、降伏比 0.6～1.0 までを 0.1 ピッチで表示した。ピンク色の破線は、本研究の目標である降伏比 0.80 を表している。炭素鋼調質材と低合金鋼調質材に比べ、従来の非調質鋼は降伏比が低く、高強度材ほどその傾向は顕著である。一方、微細組織鋼（Steel A、Steel B）では、いずれも降伏比 0.9 の高い値が得られており、従来は達成しえなかった低合金鋼調質材に匹敵する降伏比を達成している。また、二段恒温変態によって粗大なブロック状残留オーステナイトを制御することで引張強さ 1.51GPa、降伏比 0.8 の高い降伏強さを達成している（Steel C）。

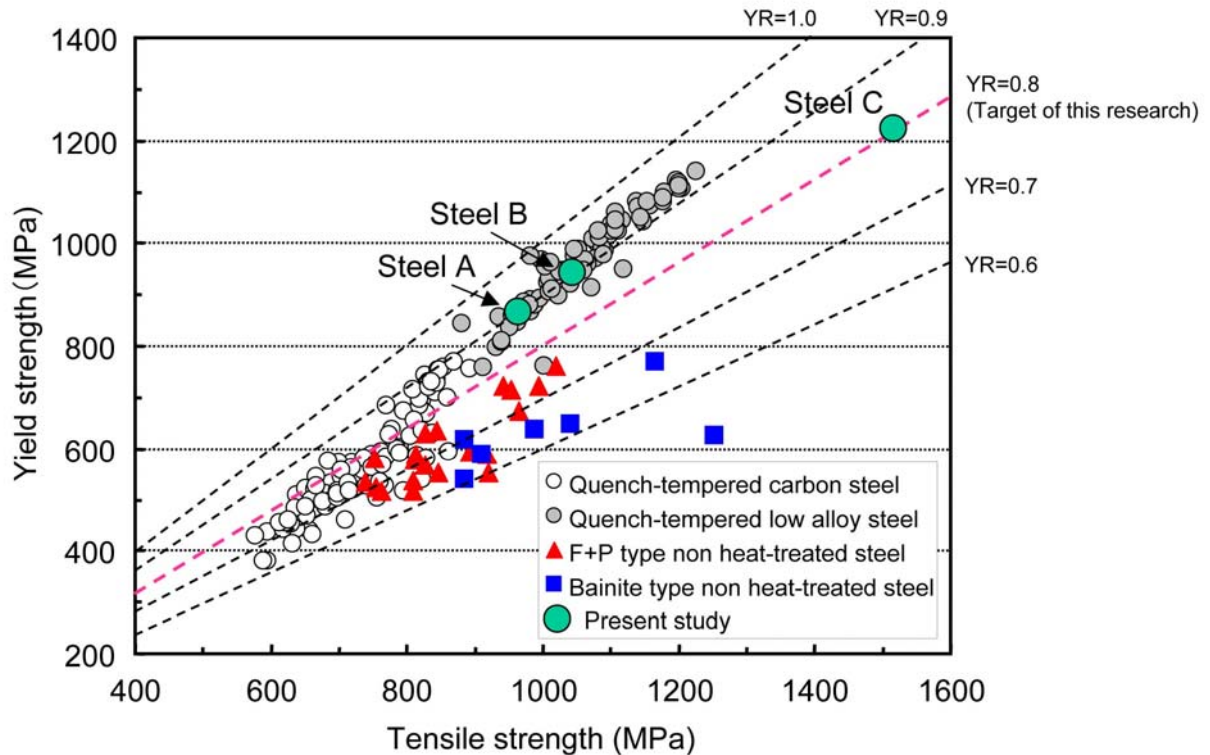


Fig.5.14 Relationship between tensile strength and yield strength of conventional quench-tempered steels, and various types of non heat-treated steels. The results of the present study are also plotted.

5. 5 結言

熱間鍛造用非調質鋼の降伏強さ向上の観点から、部分温間鍛造プロセスおよび熱間鍛造後の冷却過程における二段恒温変態プロセスを提案した。これらを模擬した熱加工パターンを実験室で再現し、得られた熱間鍛造用非調質鋼の引張特性について評価して、以下の結果を得た。

(1) 熱間鍛造後の部分焼入れ-自己焼戻し-温間鍛造を想定した熱加工パターンによって得られた供試鋼のフェライト粒径は、0.45mass%C 鋼、0.60mass%C 鋼でそれぞれ $0.7\mu\text{m}$ 、 $0.5\mu\text{m}$ であった。

(2) 圧縮試験片より採取した微小引張試験片を用いて、0.45mass%C 鋼、0.60mass%C 鋼の引張特性をそれぞれ評価した結果、下降伏応力、降伏比がそれぞれ、865MPa、0.89、および 942MPa、0.90 という良好な特性が得られた。

(3) 熱間鍛造後の冷却過程で二段恒温変態を行う熱加工パターンによって得られた供試鋼の引

張特性を従来の一段恒温変態材と比較して評価した。その結果、一段恒温変態処理材ではブロック状残留オーステナイトのひずみ誘起マルテンサイト変態のために、降伏強さと延性ともに低い値を示した。一方、二段恒温変態材では、ブロック状残留オーステナイトを低減することで、0.2%耐力 1210MPa、降伏比 0.80、全伸び 43%の良好な特性が得られた。

(4) 本研究で得られた非調質鋼は、いずれも従来型の非調質鋼を凌駕する、高い強度と高い降伏比を有する特性を示し、従来は代替が困難とされてきた機械構造用低合金鋼調質材と代替可能な引張特性が達成された。

参考文献

- [1] 長谷和邦、岩本隆：鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化基盤研究プロジェクト 第1回シンポジウム講演予稿集，東京工業大学（平成21年4月），pp.137-138
- [2] 長谷和邦、木村秀途、豊岡高明：特許第4013969号公報
- [3] C. Garcia Mateo, F. G. Caballero, and H. K. D. H. Bhadeshia: ISIJ Int., Vol.43 (2003), pp.1238-1243
- [4] W. C. Leslie：鉄鋼材料学，丸善(1985)，p.149
- [5] W. S. Owen: Trans. Am. Soc. Met., 46 (1954), p.812
- [6] 川崎製鉄「高強度高靱性非調質棒鋼」：特殊鋼，42巻，5号（1993），pp.43-44
- [7] A. Ohmori, S. Torizuka, and K. Nagai: ISIJ-Int., Vol.44, No.6 (2004), pp.1063-1071
- [8] N. Tsuji, R. Ueji, and Y. Minamino: Scripta Mater., Vol.47 (2002), pp.893-899
- [9] 辻伸泰：鉄と鋼，Vol.88, No.7 (2002)，pp.359-369
- [10] N. Tsuji, Y. Ito, Y. Koizumi, Y. Minamino, and Y. Saito: Ultrafine Grained Materials II, ed. by Y. T. Zhu, T. G. Longdon, R. S. Mishra, S. L. Semiatin, M. J. Saran, and T. C. Lowe, TMS, Warrendale, PA, (2002), p.389
- [11] N. Tsuji, Y. Saito, H. Utsunomiya, Y. Ito, and R. Ueji: CAMP-ISIJ, Vol.13 (2000), p.466
- [12] R. Ueji, N. Tsuji, Y. Saito, and Y. Minamino: Proc. of Int. Symp. on Ultrafine Grained

- Steels (ISUGS 2001), ed. by S. Takaki and T. Maki, ISIJ, Tokyo(2001), p.222
- [13] N. Tsuji, R. Ueji, Y. Minamino, and Y. Saito: Scripta Mater., Vol.46 (2002), pp.305-310
- [14] R. Ueji, N. Tsuji, Y. Minamino, Y. Koizumi, and Y. Saito: Ultrafine Grained Materials II, ed. by Y. T. Zhu, T. G. Longdon, R. S. Mishra, S. L. Semiatin, M. J. Saran, and T. C. Lowe, TMS, Warrendale, PA, (2002), p.399
- [15] R. Ueji, N. Tsuji, Y. Minamino, Y. Saito, and Y. Koizumi: Acta Mater., Vol.50 (2002), pp.4177-4189
- [16] Y. Sakai, M. Ohtaguchi, A. Belyakov, Y. Kimura, T. Hara, and K. Tsuzaki: Proc. of Int. Symp. on Ultrafine Grained Steels (ISUGS 2001), ed. by S. Takaki and T. Maki, ISIJ, Tokyo (2001), p.290
- [17] S. Namba, M. Nomura, N. Matsukura, K. Makii, and Y. Sirota: Proc. of Int. Symp. on Ultrafine Grained Steels (ISUGS 2001), ed. by S. Takaki and T. Maki, ISIJ, Tokyo (2001), p.286
- [18] 林透、長井寿：日本機械学会論文集 A, Vol.68, No.675 (2002), pp.1553-1558
- [19] Z. Lawrynowicz: Mater. Sci and Technol., Vol.18 (2002), pp.1322-1324
- [20] 「金属材料 疲労強度の設計資料 I (改定第 2 版)」, 日本機械学会編 (1988 年 2 月)
- [21] NKK (日本鋼管)「高強度熱鍛非調質鋼」: 特殊鋼, 42 巻, 5 号 (1993), pp.60-62
- [22] 子安善郎, 鈴木信一, 篠崎浩, 坂口聡, 石井伸幸: 製鉄研究, Vol.320 (1986), pp.20-27
- [23] 新日本製鉄「熱間鍛造用非調質鋼」: 特殊鋼, 42 巻, 5 号 (1993), pp.51-53
- [24] 松島義武, 中村守文, 椎名章人, 中谷良行, 秦高樹, 山本義則, 大河内則夫: CAMP-ISIJ, Vol.5 (1992), pp.781-784
- [25] 井上幸一郎, 中村貞行: 電気製鋼, Vol.67, No.1 (1996), pp.56-61
- [26] 井上幸一郎, 中村貞行: 電気製鋼, Vol.67, No.1 (1996), pp.19-25
- [27] 製品紹介: Sanyo Technical Report, Vol.2, No.1 (1995), pp.109-110

第6章 総括

本研究では、機械構造用非調質鋼の降伏強さ向上の観点から、フェライト粒微細化および高強度ベイナイトの残留オーステナイト微細化について検討し、降伏強さを向上可能な熱間鍛造非調質プロセスを提案した。さらに提案プロセスを模擬した実験室スケールの検討において、降伏比0.8以上の高い降伏強さが得られることを実証した。以下に、本研究の内容および主要な結論を要約して示す。

第1章では、本研究の背景として、非調質鋼の種類と特性および現状の課題について述べ、本研究の目的を示した。

第2章では、大圧下法による組織微細化法として、Cuをより積極的に利用する目的で0.1mass%C-0.2mass%Si-0.2mass%Mn-2mass%Cu鋼を用いて、熱間加工時の組織形成挙動に及ぼすCuの影響を検討し、以下の結果を得た。

- (1) 熱間鍛造前の加熱中にCuがオーステナイト粒界に偏析する現象を利用し、これによって従来研究よりも低冷却速度で高いフェライト変態駆動力を有する過冷オーステナイトを得た。
- (2) 過冷オーステナイトは、オーステナイト粒界に粒内のおよそ2倍のCuが偏析することで得られ、そのときの過冷度は120Kであった。
- (3) 1223Kで14.4ks加熱保持し、オーステナイト域である1023Kで加工することで変形抵抗が大幅に低下し、大角粒界で囲まれた平均粒径 $2.1\mu\text{m}$ の微細なフェライト組織が得られた。このことはCuの粒界偏析現象の利用により、加工温度まで急冷処理することなく $2\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$ という小さい冷却速度でも大圧下加工により微細フェライトの生成が可能であることを示している。
- (4) フェライト組織の観察と T_0 温度の計算から、加工中に動的パラ平衡変態が起こることを示し、動的に変態したフェライトは、引き続く加工により動的再結晶を起こした可能性があることを示した。

第3章では、中炭素鋼を供試鋼に、フェライト・パーライト組織、球状化焼鈍組織、上部ベイ

ナイト組織およびマルテンサイト組織の 4 種類の組織を出発組織として 60% ($\varepsilon=1$) の 1 パス熱間加工による微細フェライト生成の可能性を検討し、以下の結果を得た。

- (1) 4 種類の出発組織の中で、温間加工により大角粒界で囲まれた微細フェライト粒が得られた組織は、マルテンサイトであった。微細フェライトは、大角粒界で囲まれ、内部に転位組織を有することから動的再結晶により生成したものと結論付けた。
- (2) マルテンサイトの温間加工によって得られた微細粒の粒径は、従来知見で示された Z 因子と結晶粒径の関係とほぼ一致していた。しかし、均一な微細粒組織を得るために必要なひずみ量は、出発組織をマルテンサイトとすることで従来知見よりも大幅に低減できた。
- (3) 中炭素マルテンサイトを出発組織とすることで従来よりも低ひずみで微細粒が得られる理由は、①マルテンサイトが一種の微細粒組織であること、②転位密度が高い組織であること、③パケット/ブロックからなるマルテンサイト組織自身の複雑な形状と、マトリックスに分散した炭化物によって、加工時に不均一変形が誘発されることによる。
- (4) 本研究において実施した条件範囲では、微細フェライト粒を得るために好適な加工条件は、加工温度 923K、ひずみ速度 10s^{-1} であった。
- (5) 供試鋼の C 量を増加し、出発組織のブロック組織を微細化することによって、平均粒径 $0.5\mu\text{m}$ の超微細粒を $\varepsilon = 1$ の加工により達成した。平均粒径 $0.5\mu\text{m}$ の微細粒組織の平均硬さは HV320 であり、降伏強さに換算すると従来型非調質鋼の 1.5 倍に相当する強度であった。

第 4 章では、高強度ベイナイトに生成するブロック状残留オーステナイトの微細化を目的として、応力下でのベイナイト変態および二段ベイナイト変態における組織形成を検討し、以下の結果を得た。

- (1) ベイナイト変態中に降伏点以下の応力を付加することにより、変態が促進された。これは、マルテンサイト変態と同様に、ベイナイト変態において付加応力が機械的駆動力として作用しているためである。

- (2) ベイナイト変態中に応力を付加することにより、ベイナイトシーフに優先成長方向が現れた。応力軸に対して 40～50 度の方向に成長するベイナイトシーフの発生頻度が高く、これは機械的駆動力が最大となる晶癖面の角度が 42 度である結果とほぼ一致していた。
- (3) ベイナイトシーフの成長方向が揃うことにより、ランダムにベイナイトシーフが成長する場合と比較してブロック状残留オーステナイトが低減し、そのサイズも低下した。
- (4) 二段恒温変態処理により、一段目に生成した残留オーステナイトから再びベイナイト変態が起こり、二段目の恒温保持後には粗大な残留オーステナイトがほとんど残留していなかった。
- (5) 二段目の恒温保持において、ブロック状残留オーステナイトからはベイナイト変態が起こっていたのに対して、層状残留オーステナイトからの変態はわずかであった。そのため低温一段恒温変態で得られる組織よりも二段恒温変態で得られる組織中のベイナイト体積率は低値であった。
- (6) 高 Si 鋼のベイナイト変態で生成する粗大なブロック状残留オーステナイトの生成を抑制するためには、変態中の応力負荷および二段恒温処理が有効であることを見出した。

第 5 章では、熱間鍛造用非調質鋼の降伏強さ向上の観点から、部分温間鍛造プロセスおよび熱間鍛造後の冷却過程における二段恒温変態プロセスを提案した。これらを模擬した熱加工パターンを実験室で再現し、得られた熱間鍛造用非調質鋼の引張特性を評価した。

- (1) 熱間鍛造後の部分焼入れ-自己焼戻し-温間鍛造を想定した熱加工パターンによって得られた供試鋼のフェライト粒径は、0.45mass%C 鋼、0.60mass%C 鋼でそれぞれ $0.7\mu\text{m}$ 、 $0.5\mu\text{m}$ であった。
- (2) 圧縮試験片より採取した微小引張試験片を用いて、0.45mass%C 鋼、0.60mass%C 鋼の引張特性をそれぞれ評価した結果、下降伏応力、降伏比がそれぞれ、865MPa、0.89、および 942MPa、0.90 という良好な特性が得られた。
- (3) 熱間鍛造後の冷却過程で二段恒温変態を行う熱加工パターンによって得られた供試鋼

の引張特性を従来の一段恒温変態材と比較して評価した。その結果、一段恒温変態処理材ではブロック状残留オーステナイトのひずみ誘起マルテンサイト変態のために、降伏強さと延性ともに低い値を示した。一方、二段恒温変態材では、ブロック状残留オーステナイトを低減することで、降伏強さ 1210MPa、降伏比 0.80、全伸び 43%の良好な特性が得られた。

(4) 本研究で得られた非調質鋼は、いずれも従来型の非調質鋼を凌駕する、高い強度と高い降伏比を有する特性を示し、従来は代替が困難とされてきた機械構造用低合金鋼調質材と代替可能な引張特性が達成された。

以上に述べたように、本研究では、フェライト組織微細化およびベイナイト組織微細化の観点から熱間鍛造用非調質鋼の降伏強さ向上に関して検討を行った。今後の高強度化研究への波及性を以下のように考える。

近年、自動車の軽量化による CO₂ 排出量削減の観点から熱間鍛造部品のさらなる高強度化が求められている。熱間鍛造部品のほとんどは、部品表面のほとんどに切削加工が施されるため、高強度化にともなう被削性の低下は量産性を阻害し、これが部品の高強度化を妨げる一因となっている。本研究で提案した傾斜機能付与の考え方は、高強度化と被削性向上という二律背反特性を両立する手法であり、また、従来は加工条件の制約が多く実現困難であった微細粒鋼の製造が、通常の熱間鍛造条件で可能であることを本研究は示した。二段変態高強度ベイナイトに関しては、ブロック状残留オーステナイトの軽減によって降伏強さと延性の両方を大きく改善できることを示した。従来、ベイナイトと残留オーステナイトの混合組織は、残留オーステナイトの加工誘起マルテンサイト変態によって加工硬化率を大きく向上させるために利用されてきたが、本研究の成果は、残留オーステナイトの新たな利用可能性を示唆するものである。本研究が、今後の熱間鍛造用非調質鋼の高強度化への一指針となり、今後の発展に寄与できることを願う。

謝 辞

本論文は、著者が京都大学大学院工学研究科 博士後期課程在学中に、辻 伸泰 教授（京都大学大学院工学研究科 材料工学専攻）のご指導のもとに行った実験結果、および JFE スチール株式会社 スチール研究所ならびに（旧）川崎製鉄株式会社 技術研究所で行った実験結果を取りまとめたものです。辻 伸泰 教授には、始終変わらぬ熱心なご指導、ご鞭撻を賜り、心より感謝致します。論文審査におきましては、白井 泰治 教授（京都大学大学院工学研究科 材料工学専攻）、乾 晴行 教授（京都大学大学院工学研究科 材料工学専攻）から懇切丁寧なるご指導を頂きました。本研究の一部考察において、高木 節雄 教授（九州大学大学院工学研究院 材料工学部門）から有意義なご助言、ご指導を賜りました。大変感謝しております。

大学での実験遂行にあたり寺田 大将 助教、水口 隆 研究員（現：香川大学工学部 材料創造工学科 助教）および京都大学大学院工学研究科 材料工学専攻 辻研究室の皆様から多大なるご協力を賜りました。

本論文の研究の一部は、2002 年 10 月から 2004 年 9 月までの 2 年間、英国 University of Cambridge での研究滞在中に行われました。同大学に滞在中は、H. K. D. H. Bhadeshia 教授、Carlos Garcia-Mateo 博士（現：Centro Nacional de Investigaciones Metalurgicas (CENIM), Spain）、Thomas Sourmail 博士（現：Ascometal, France）、Mathew J. Peet 博士、Saurabh Kundu 博士（現：Tata Steel, India）、Mohamed Sherif 博士（現：SKF Research Center, Netherlands）から、有意義なご指導、ご討論を受け賜りました。さらに、Pippa Swannel 氏をはじめその他多くの皆様方に実験のご支援を頂きました。大変感謝しております。

また、本研究の一部は、新エネルギー・産業技術総合開発機構（NEDO）のご支援のもと、2007 年度から 2008 年度にかけて推進された、鉄鋼材料の革新的・高強度高機能化基盤研究開発プロジェクトの成果であり、その経済的支援に感謝致します。研究の方向性についてご助言いただいた梅本 実 教授（豊橋技術科学大学 機械工学系）、古原 忠 教授（東北大学 金属材料研究所）に心より感謝致します。

本研究の遂行にあたり、天野 虔一 博士（元 JFE スチール株式会社 スチール研究所 主席研究員）、松崎 明博 氏（元 JFE スチール株式会社 スチール研究所）、JFE スチール株式会社 スチール研究所 星野 俊幸 博士、木村 秀途 博士、平井 康正 氏には、貴重なご助言、ご討論を頂きました。

本研究にご理解いただき、論文執筆の許可を頂きました、JFE スチール株式会社 スチール研究所 関田 貴司 所長、津山 青史 副所長、鋼材研究部 部長 三田尾 眞司 博士には、心より感謝申し上げます。さらに、実験の遂行にあたり、JFE スチール株式会社 スチール研究所 技術員の方々に多大なるご協力を頂きました。ここに記して深く感謝致します。

最後に本研究の遂行に対し、惜しみなく協力して頂いた家族に感謝致します。

平成 23 年 8 月 長谷和邦

本論文に関する発表論文

学術雑誌論文

- 1) 長谷和邦, 平井康正, 星野俊幸, 松崎明博, 天野虔一, 高木節雄: Cu 添加鋼の熱間加工による微細組織形成機構, 鉄と鋼, Vol. 90, No. 8 (2004), pp. 554-561
- 2) K. Hase, C. Garcia-Mateo, and H. K. D. H. Bhadeshia: Bainite Formation Influenced by Large Stress, Materials Science and Technology, Vol. 20 (2004), pp. 1499-1505
- 3) K. Hase, C. Garcia-Mateo, and H. K. D. H. Bhadeshia: Bimodal Size-distributions of Bainite Plates, Materials Science and Engineering A, Vol. 438-440 (2006), pp. 145-148
- 4) S. Kundu, K. Hase, and H. K. D. H. Bhadeshia: Crystallographic Texture of Stress-affected Bainite, Proceedings of Royal Society A, Vol. 463 (2007), pp. 2309-2328
- 5) K. Hase, and N. Tsuji: Effect of Initial Microstructure on Ultrafine Grain Formation through Warm Deformation in Medium Carbon Steels, Scripta Materialia, Vol. 65 (2011), pp. 404-407

国際会議論文

- 1) Y. Hirai, K. Hase, T. Hoshino, A. Matsuzaki, K. Amano, T. Tsuchiyama, and S. Takaki: Grain refinement in Cu bearing steel through dynamic $\gamma \rightarrow \alpha$ transformation followed by dynamic α recrystallization”, 1st ICASS (International Conference on Advanced Structural Steels)’ 02, Tsukuba, Japan, 22-24 May, 2002, ISIJ, pp. 17-18
- 2) K. Hase and H. K. D. H. Bhadeshia: Bimodal Size-distribution of Bainite Plates, ICOMAT (International Conference on Martensitic Transformations)’ 05, Shanghai, China, 14-17 June, 2005, p. 38-41
- 3) K. Hase, and N. Tsuji: Formation of Ultra Fine Ferrite Grain with Spheroidized Cementite Particles by Warm Deformation of Medium Carbon Steel, Asia Steel 2009, Busan, Korea, 24-27 May, 2009, S7-27